

INFORME DEL EJERCICIO DE INTERCOMPARACIÓN DE MASA DE PARTÍCULAS ATMOSFÉRICAS CAPTADAS EN FILTROS AÑO 2013

1 ANTECEDENTES

El RD 102/2011 de 28 de enero, relativo a la mejora de la calidad del aire, en su artículo 3 (actuaciones de las administraciones públicas), apartado 2b, indica que el ISCIII como Laboratorio Nacional de Referencia (LNR), “coordinará a escala nacional la correcta utilización de los métodos de referencia”. A tal efecto, en el año 2013 se organizó un ejercicio de intercomparación de masa de partículas atmosféricas, captadas en filtros de cuarzo.

2 PLANIFICACION

En la tabla I se recogen las comunidades autónomas y los laboratorios participantes en este ejercicio de intercomparación así como los filtros solicitados para este ejercicio, que para este año 2013 hacen un total de 8 comunidades autónomas y 11 laboratorios.

El ejercicio de intercomparación de masa de partículas atmosféricas se realizó en estrella y a cada uno de los participantes y de acuerdo con sus peticiones (tabla I), se les envió:

- 1 filtro blanco de cuarzo de 47 mm de diámetro, cuya integridad fue previamente verificada a la luz, 5 filtros de 47 mm de diámetro cargados con partículas. Además, se mandaron 2 filtros de transporte de 47 mm de diámetro, uno blanco y otro cargado.
- 1 filtro blanco de cuarzo de 150 mm de diámetro, cuya integridad fue previamente verificada a la luz, 5 filtros de 150 mm de diámetro cargados con partículas. Además, se mandaron 2 filtros de transporte de 150 mm de diámetro, uno blanco y otro cargado.
- 1 filtro blanco de cuarzo de 203 mm x 254 mm, cuya integridad fue previamente verificada a la luz, 5 filtros de 203 mm x 254 mm, cargados con partículas. Además, se mandaron 2 filtros de transporte de 230 mm x 254 mm de diámetro, uno blanco y otro cargado.

Comunidad Autónoma	Laboratorio participante	Filtros solicitados
Andalucía	Consejería de Medio Ambiente	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro 203 mm x 254 mm
Andalucía	Centro de Investigación en Química Sostenible. Universidad de Huelva	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro 203 mm x 254 mm
Aragón	Laboratorio de Medio ambiente de la Diputación de Teruel	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro
Asturias	Consejería de Fomento, Ordenación del Territorio y Medio Ambiente	47 mm de diámetro
Cantabria	Laboratorio del Centro de Investigación del medio ambiente	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro
Castilla La Mancha	Instituto de Combustión y Contaminación Atmosférica. Universidad de CLM	203 mm x 254 mm
Castilla y León	Consejería de Fomento y Medio Ambiente	150 mm de diámetro
Castilla y León	Ayuntamiento de Valladolid	150 mm de diámetro
Extremadura	Facultad de Ciencias. Universidad de Extremadura	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro
Islas Baleares	Consejería de Agricultura, Medio Ambiente y Territorio	150 mm de diámetro
Islas Baleares	ENDESA	47 mm de diámetro 150 mm de diámetro

Tabla I – Comunidades Autónomas, laboratorios participantes y filtros solicitados

A cada uno de los participantes se les asignó el código siguiente: 2013-001, 2013-005, 2013-008, 2013-009, 2013-012, 2013-014, 2012-018, 2013-023, 2013-026, 2013-031 y 2013-032, sin que corresponda a un orden alfabético.

3 RESULTADOS DE LOS ANÁLISIS GRAVIMÉTRICOS

El procedimiento de análisis de todos los filtros, fue:

- Análisis previo en el ISCIII;
- Análisis en los laboratorios participantes;
- Análisis final en el ISCIII.

Además, el ISCIII envió a cada uno de los participantes un formato para cumplimentar los datos de análisis.

Cada uno de los laboratorios participantes recibió y analizó sus filtros, de acuerdo con su propio procedimiento de análisis. Una vez realizados los análisis, los filtros fueron devueltos al ISCIII para el

análisis final. Asimismo, cada uno de los laboratorios participantes envió al ISCIII sus resultados junto con la incertidumbre expandida de medida.

3.1 Desarrollo del ejercicio de intercomparación

El calendario para el ejercicio de intercomparación se describe a continuación:

- Pesada previa de los filtros en el ISCIII: 6 al 29 de septiembre de 2013.
- Envío de los filtros a los laboratorios participantes: 15 de octubre de 2013.
- Recepción de los filtros en el ISCIII: 23 de octubre de 2013 al 16 de enero de 2014.
- Análisis final de los filtros en el ISCIII: 29 de octubre de 2013 al 21 de enero de 2014.

3.2 Codificación de los filtros

Los filtros fueron codificados según **YXXXX**, donde **XXXX** es un número de filtro consecutivo.

3.3 Análisis previo de los filtros en el ISCIII

El método de análisis utilizado, fue el gravimétrico según Norma UNE-EN 12341: 1999, para la cual el ISCIII está acreditado por ENAC (223/LE460).

3.4 Envío de los filtros a los laboratorios

Una vez efectuado el análisis en el ISCIII, los filtros fueron enviados a los laboratorios.

En las tablas II, III y IV se muestran los códigos de los filtros de 47 mm de diámetro, 150 mm de diámetro y 203 mm x 254 mm, respectivamente que se asignaron a los laboratorios participantes.

Código laboratorio											
	2013-001	2013-005	2013-008	2013-009	2013-012	2013-014	2013-018	2012-023	2013-026	2013-031	2013-032
Filtro cargado	Y5001	Y5009	Y4017	Y5025	Y5049	Y5033			Y4041		
Filtro cargado	Y5002	Y5010	Y4018	Y5026	Y5050	Y5034			Y4042		
Filtro cargado	Y5003	Y5011	Y4019	Y5027	Y5051	Y5035			Y4043		
Filtro cargado	Y5004	Y5012	Y4020	Y5028	Y5052	Y5036			Y4044		
Filtro cargado	Y5005	Y5013	Y4021	Y5029	Y5053	Y5037			Y4045		
Filtro cargado de transporte	Y5006	Y5014	Y4022	Y5030	Y5054	Y5038			Y4046		
Filtro blanco de laboratorio	Y5007	Y5015	Y4023	Y5031	Y5055	Y5039			Y4047		
Filtro blanco de transporte	Y5008	Y5016	Y4024	Y5032	Y5056	Y5040			Y4048		

Tabla II - Códigos de los filtros de 47 mm enviados a los laboratorios participantes

Código laboratorio											
	2013-001	2013-005	2013-008	2013-009	2013-012	2013-014	2013-018	2012-023	2013-026	2013-031	2013-032
Filtro cargado	Y5201		Y5209	Y5217	Y5265	Y5225	Y5233	Y5241	Y5249	Y5257	
Filtro cargado	Y5202		Y5210	Y5218	Y5266	Y5226	Y5234	Y5242	Y5250	Y5258	
Filtro cargado	Y5203		Y5211	Y5219	Y5267	Y5227	Y5235	Y5243	Y5251	Y5259	
Filtro cargado	Y5204		Y5212	Y5220	Y5268	Y5228	Y5236	Y5244	Y5252	Y5260	
Filtro cargado	Y5205		Y5213	Y5221	Y5269	Y5229	Y5237	Y5245	Y5253	Y5261	
Filtro cargado de transporte	Y5206		Y5214	Y5222	Y5270	Y5230	Y5238	Y5246	Y5254	Y5262	
Filtro blanco de laboratorio	Y5207		Y5215	Y5223	Y5271	Y5231	Y5239	Y5247	Y5255	Y5263	
Filtro blanco de transporte	Y5208		Y5216	Y5224	Y5272	Y5232	Y5240	Y5248	Y5256	Y5264	

Tabla III - Códigos de los filtros de 150 mm enviados a los laboratorios participantes

Código laboratorio											
	2013-001	2013-005	2013-008	2013-009	2013-012	2013-014	2013-018	2013-023	2013-026	2013-031	2013-032
Filtro cargado	Y5401								Y5409		Y5417
Filtro cargado	Y5402								Y5410		Y5418
Filtro cargado	Y5403								Y5411		Y5419
Filtro cargado	Y5404								Y5412		Y5420
Filtro cargado	Y5405								Y5413		Y5421
Filtro cargado de transporte	Y5406								Y5414		Y5422
Filtro blanco de laboratorio	Y5407								Y5415		Y5423
Filtro blanco de transporte	Y5408								Y5416		Y5424

Tabla IV - Códigos de los filtros de 203 mm x 254 mm enviados a los laboratorios participantes

3.5 Resultados de los análisis de los filtros en los laboratorios

Los resultados de las pesadas realizadas por los laboratorios participantes se muestran en las tablas V, VI y VII para los filtros 47 mm de diámetro, 150 mm de diámetro y 203 mm x 254 mm, respectivamente.

Código laboratorio														
	2013-001		2013-005		2013-008		2013-009		2013-012		2013-014		2013-026	
Filtro cargado	Y5001	0,15164	Y5009	0,14431	Y5017	0,15099	Y5025	0,15349	Y5049	0,14442	Y5033	0,15322	Y5041	0,15039
Filtro cargado	Y5002	0,14359	Y5010	0,14654	Y5018	0,15426	Y5026	0,15090	Y5050	0,14918	Y5034	0,15180	Y5042	0,15363
Filtro cargado	Y5003	0,15102	Y5011	0,14623	Y5019	0,15121	Y5027	0,15090	Y5051	0,14666	Y5035	0,15374	Y5043	0,15260
Filtro cargado	Y5004	0,14691	Y5012	0,14543	Y5020	0,15440	Y5028	0,14430	Y5052	0,14735	Y5036	0,14409	Y5044	0,14335
Filtro cargado	Y5005	0,14604	Y5013	0,14583	Y5021	0,15213	Y5029	0,14636	Y5053	0,14642	Y5037	0,15218	Y5045	0,15383
Filtro cargado de transporte	Y5006		Y5014		Y5022		Y5030		Y5054		Y5038		Y5046	
Filtro blanco de laboratorio	Y5007	0,15207	Y5015	0,15104	Y5023	0,15497	Y5031	0,15507	Y5055	0,15350	Y5039	0,15462	Y5047	0,15102
Filtro blanco de transporte	Y5008		Y5016		Y5024		Y5032		Y5056		Y5040		Y5048	

Tabla V - Masas de los filtros de 47 mm obtenidas en los laboratorios participantes

Código laboratorio														
	2013-001		2013-008		2013-009		2013-012		2013-014		2013-018		2013-023	
Filtro cargado	Y5201	1,51731	Y5209	1,49516	Y5217	1,52180	Y5265	1,55193	Y5225	1,60470	Y5233	1,53760	Y5241	1,59342
Filtro cargado	Y5202	1,51674	Y5210	1,54205	Y5218	1,54400	Y5266	1,53411	Y5226	1,58637	Y5234	1,53814	Y5242	1,52764
Filtro cargado	Y5203	1,52990	Y5211	1,51341	Y5219	1,54610	Y5267	1,55263	Y5227	1,51792	Y5235	1,53199	Y5243	1,55304
Filtro cargado	Y5204	1,58174	Y5212	1,54019	Y5220	1,55060	Y5268	1,54739	Y5228	1,54384	Y5236	1,53497	Y5244	1,52634
Filtro cargado	Y5205	1,54849	Y5213	1,55508	Y5221	1,56480	Y5269	1,55024	Y5229	1,55673	Y5237	1,53927	Y5245	1,56367
Filtro cargado de transporte	Y5206		Y5214		Y5222		Y5270		Y5230		Y5238		Y5246	
Filtro blanco de laboratorio	Y5207	1,52862	Y5215	1,54363	Y5223	1,53010	Y5271	1,51470	Y5231	1,53640	Y5239	1,53275	Y5247	1,53930
Filtro blanco de transporte	Y5208		Y5216		Y5224		Y5272		Y5232		Y5240		Y5248	

Código laboratorio				
	2013-026		2013-031	
Filtro cargado	Y5249	1,53830	Y5257	1,55140
Filtro cargado	Y5250	1,53370	Y5258	1,55107
Filtro cargado	Y5251	1,49480	Y5259	1,56140
Filtro cargado	Y5252	1,53300	Y5260	1,58883
Filtro cargado	Y5253	1,53800	Y5261	1,52818
Filtro cargado de transporte	Y5254		Y5262	
Filtro blanco de laboratorio	Y5255	1,53720	Y5263	1,53299
Filtro blanco de transporte	Y5256		Y5264	

Tabla VI - Masas de los filtros de 150 mm obtenidas en los laboratorios participantes

Código laboratorio						
	2013-001	2013-026	2013-032			
Filtro cargado	Y5401	4,42614	Y5409	4,59380	Y5417	4,75542
Filtro cargado	Y5402	4,61161	Y5410	4,56450	Y5418	4,39243
Filtro cargado	Y5403	4,59715	Y5411	4,56820	Y5419	4,62399
Filtro cargado	Y5404	4,58106	Y5412	4,37050	Y5420	4,59424
Filtro cargado	Y5405	4,60525	Y5413	4,41360	Y5421	4,61065
Filtro cargado de transporte	Y5406		Y5414		Y5422	
Filtro blanco de laboratorio	Y5407	4,35269	Y5415	4,38580	Y5423	4,39527
Filtro blanco transporte	Y5408		Y5416		Y5424	

Tabla VII- Masas de los filtros de 203 mm x 254 mm obtenidas en los laboratorios participantes

3.6 Devolución al ISCIII de los filtros

Una vez realizado el análisis gravimétrico de los filtros cargados y blanco de los tamaños solicitados por los distintos laboratorios, los filtros fueron devueltos al ISCIII. Junto a ellos, los laboratorios remitieron los formatos de pesada cumplimentados, así como los filtros de transporte.

3.7 Análisis final de los filtros en el ISCIII

El análisis final de los filtros en el ISCIII se realizó en las mismas condiciones y usando la misma metodología que se empleó en el análisis previo al envío de los filtros a los laboratorios.

3.8 Evaluación del desempeño

La evaluación del desempeño del ejercicio de intercomparación de masa se ha realizado en dos fases:

3.8.1 Fase 1.- Estudio de estabilidad de los filtros

Con el fin de determinar si se han producido pérdidas de material particulado (volatilización/manipulación) o del material del filtro por manipulación, entre los resultados iniciales y finales en el ISCIII.

Para comprobar numéricamente las diferencias entre los análisis realizados en el ISCIII, se ha llevado a cabo la evaluación del estadístico E_n , definido como:

$$E_n = \frac{|C_p - C_f|}{\sqrt{U_p^2 + U_f^2}}$$

donde

- C_p son los valores previos del análisis gravimétrico de los filtros en el ISCIII;
- C_f son los valores finales del análisis gravimétrico de los filtros en el ISCIII;
- U_p y U_f son las incertidumbres expandidas de las medidas previas y finales en el ISCIII.

De acuerdo con el criterio de la Norma UNE-EN ISO/IEC 17043:2010, valores del estadístico E_n inferiores o iguales a 1,0 se consideran satisfactorios y valores del estadístico E_n superiores a 1,0 se consideran insatisfactorios.

La incertidumbre del ISCIII para los distintos tamaños de filtros son:

- Para el filtro de 47 mm de diámetro: 0,000 07 g (k=2)
- Para el filtro de 150 mm de diámetro: 0,000 81 g (k=2)
- Para el filtro de 203 mm x 254 mm: 0,001 39 g (k=2)

Los resultados del estadístico E_n entre las pesadas realizadas por el ISCIII antes y después de los análisis de los laboratorios participantes para los filtros 47 mm de diámetro se reflejan en las tablas VIII, para los filtros de 150 mm de diámetro se recogen en la tabla IX y para los filtros de 203 mm x 254 mm se dan en la tabla X.

Código laboratorio							
2013-001		2013-005		2013-008		2013-009	
Código filtro	E_n	Código filtro	E_n	Código filtro	E_n	Código filtro	E_n
Y5001	0,51	Y5009	0,40	Y5017	0,20	Y5025	0,40
Y5002	0,51	Y5010	0,51	Y5018	0,40	Y5026	0,20
Y5003	0,61	Y5011	0,71	Y5019	0,40	Y5027	0,10
Y5004	0,30	Y5012	0,00	Y5020	0,30	Y5028	0,40
Y5005	0,20	Y5013	1,11	Y5021	0,10	Y5029	0,30
Y5006	0,10	Y5014	0,00	Y5022	0,20	Y5030	0,00
Y5007	0,10	Y5015	0,00	Y5023	0,20	Y5031	0,10
Y5008	0,10	Y5016	0,20	Y5024	0,10	Y5032	0,00

Código laboratorio					
2013-012		2013-014		2013-026	
Código filtro	E_n	Código filtro	E_n	Código filtro	E_n
Y5049	0,40	Y5033	0,20	Y5041	0,61
Y5050	0,30	Y5034	0,40	Y5042	1,01
Y5051	0,20	Y5035	0,51	Y5043	0,81
Y5052	0,20	Y5036	0,40	Y5044	2,02
Y5053	0,00	Y5037	0,20	Y5045	1,01
Y5054	0,10	Y5038	0,20	Y5046	0,30
Y5055	0,10	Y5039	0,10	Y5047	0,10
Y5056	0,00	Y5040	0,00	Y5048	0,00

Tabla VIII - Cálculo del índice de compatibilidad entre la pesada inicial y final del ISCIII para los filtros de 47 mm

Los filtros Y5013, Y5044 e Y5045 presentaban pérdida de masa, debido posiblemente a una manipulación no adecuada en el laboratorio participante. Por otro lado, el filtro Y5042 estaba ligeramente roto.

Código laboratorio									
2013-001		2013-008		2013-009		2013-012		2013-014	
Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n
Y5201	0,13	Y5209	0,02	Y5217	0,03	Y5265	0,20	Y5225	0,54
Y5202	0,02	Y5210	0,03	Y5218	0,07	Y5266	0,21	Y5226	0,38
Y5203	0,25	Y5211	0,13	Y5219	0,67	Y5267	0,66	Y5227	0,03
Y5204	0,58	Y5212	0,01	Y5220	0,65	Y5268	0,47	Y5228	0,45
Y5205	0,04	Y5213	0,03	Y5221	0,60	Y5269	0,52	Y5229	0,48
Y5206	0,57	Y5214	0,39	Y5222	0,53	Y5270	0,05	Y5230	0,06
Y5207	0,54	Y5215	0,52	Y5223	0,50	Y5271	0,59	Y5231	0,36
Y5008	0,60	Y5216	0,50	Y5224	0,57	Y5272	0,77	Y5232	0,38

Código laboratorio							
2013-018		2013-023		2013-026		2013-031	
Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n
Y5233	0,05	Y5241	0,31	Y5249	0,24	Y5257	0,43
Y5234	0,16	Y5242	0,27	Y5250	0,45	Y5258	0,36
Y5235	0,02	Y5243	0,36	Y5251	0,10	Y5259	0,52
Y5236	0,05	Y5244	0,10	Y5252	0,36	Y5260	0,30
Y5237	0,10	Y5245	0,50	Y5253	0,48	Y5261	0,31
Y5238	0,17	Y5246	0,12	Y5254	0,56	Y5262	0,73
Y5239	0,84	Y5247	0,14	Y5255	0,36	Y5263	0,58
Y5240	0,89	Y5248	0,53	Y5256	0,50	Y5264	0,66

Tabla IX - Cálculo del índice de compatibilidad entre la pesada inicial y final del ISCIII para los filtros de 150 mm de diámetro

Código laboratorio					
2013-001		2013-026		2013-032	
Código filtro	E _n	Código filtro	E _n	Código filtro	E _n
Y5401	0,14	Y 5409	0,59	Y5417	0,39
Y5402	0,21	Y 5410	0,09	Y5418	0,04
Y5403	0,22	Y 5411	0,35	Y5419	0,11
Y5404	0,04	Y 5412	0,43	Y5420	0,24
Y5405	0,15	Y 5413	0,23	Y5421	0,06
Y5406	0,10	Y5414	0,04	Y5422	0,06
Y5407	1,54	Y5415	1,35	Y5423	1,30
Y5408	2,00	Y5416	1,80	Y5424	1,08

Tabla X - Cálculo del índice de compatibilidad entre la pesada inicial y final del ISCIII para los filtros de 203 x 254 mm

En los filtros Y5407, Y5415, e Y5423, correspondientes a blancos de laboratorio y en los filtros blancos de transporte Y5408, Y5416, e Y5424 se apreció un incremento de masa que es debido a la complejidad de su equilibrio en las condiciones ambientales establecidas por la Norma UNE –EN 12341: 1999 cuando se trata de filtros blancos.

Como consecuencia de estos resultados en la siguiente intercomparación solo se usarán filtros de 47 mm y 150 mm.

NOTA: Es importante destacar que en la nueva edición de la Norma EN 12341: 2014, se establece como equipo de referencia el basado en un captador con un caudal de 2,3 m³/h y filtro de 47 mm de diámetro, sin descartar el uso de otros captadores con diferentes caudales y tamaños de filtro.

En las tablas XI (filtros de 47 mm de diámetro), XII (filtros de 150 mm de diámetro) y XIII (filtros de 203 mm x 254 mm) se resumen los índices de compatibilidad E_n obtenidos del estudio de estabilidad de los filtros a lo largo del periodo de intercomparación utilizando las pesadas inicial y final realizadas en el ISCIII.

Código Laboratorio	Filtros							
	Cargado (5)		Cargado de transporte (1)		Blanco de laboratorio (1)		Blanco de transporte (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-005	4	1	1	-	1	-	1	-
2013-008	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-009	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-012	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-014	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-026	2	3	1	-	1	-	1	-

Tabla XI - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 47 mm de diámetro entre la pesada inicial y final realizada en el ISCIII

Así, el estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados de 47 mm de diámetro (tabla XI) a lo largo del periodo de intercomparación, indica que la mayoría de los laboratorios participantes (excepto 2013-005 y 2013-026), cumplen los criterios del estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio. Así mismo, este mismo estudio tanto para los filtros de transporte (cargados y blancos) como para los blancos de laboratorio, demuestra que todos cumplen los criterios del estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio

El estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados de 150 mm de diámetro (tabla XII) a lo largo del periodo de intercomparación, indica que todos laboratorios participantes, cumplen los criterios del estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio. Así mismo, este mismo estudio tanto para los filtros de transporte (cargados y blancos) como para los blancos de laboratorio, demuestra que todos cumplen los criterios del estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio.

Código Laboratorio	Filtros							
	Cargado (5)		Cargado de transporte (1)		Blanco de laboratorio (1)		Blanco de transporte (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-008	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-009	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-012	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-014	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-018	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-023	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-026	5	-	1	-	1	-	1	-
2013-031	5	-	1	-	1	-	1	-

Tabla XII - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 150 mm de diámetro entre la pesada inicial y final realizada en el ISCIII

Finalmente, el estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados de 203 mm x 254 mm (tabla XIII) a lo largo del periodo de intercomparación, indica que los tres participantes cumplen los criterios del estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio. Así mismo, mientras los filtros cargados de transporte cumplen el mencionado criterio estadístico los filtros blancos de laboratorio y blanco de transporte incumplen este criterio.

Código Laboratorio	Filtros							
	Cargado (5)		Cargado de transporte (1)		Blanco de laboratorio (1)		Blanco de transporte (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	5	-	1	-	-	1	-	1
2013-026	5	-	1	-	-	1	-	1
2013-032	5	-	1	-	-	1	-	1

Tabla XIII - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 203 mm x 254 mm entre la pesada inicial y final realizada en el ISCIII

3.8.2 Fase 2.- Evaluación del desempeño del ejercicio de intercomparación

Para la evaluación del desempeño de los laboratorios participantes en el ejercicio de intercomparación del análisis gravimétrico de la masa de partículas depositadas en filtros, se ha utilizado el estadístico E_n , definido como:

$$E_n = \frac{|C_A - C_B|}{\sqrt{U_A^2 + U_B^2}}$$

donde

C_A son los valores del análisis gravimétrico de los filtros, realizados en los laboratorios;

C_B son los valores del análisis inicial gravimétrico de los filtros, realizados en el ISCIII;
 U_A son las incertidumbres expandidas de los análisis gravimétricos informadas por los laboratorios;
 U_B son las incertidumbres expandidas de los análisis gravimétricos del ISCIII.

De acuerdo con el criterio de la Norma UNE-EN ISO/IEC 17043:2010, valores del estadístico E_n , inferiores o iguales a 1,0 se consideran satisfactorios y valores del estadístico E_n superiores a 1,0 se consideran insatisfactorios.

Los resultados del cálculo del estadístico E_n , entre los resultados de las pesadas iniciales realizadas por el ISCIII y la de los laboratorios participantes para los filtros 47 mm de diámetro se reflejan en la tabla XIV, para los filtros 150 mm de diámetro se recogen en la tabla XV y para los filtros 203 mm x 254 mm se dan en la tabla XVI.

Código laboratorio											
2013-001			2013-005			2013-008			2013-009		
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n
filtro	Lab. Part.		filtro	Lab. Part.		filtro	Lab. Part.		filtro	Lab. Part.	
	k=2			k=2			k=2			k=2	
Y5001	0,00009	0,53	Y5009	0,00004	1,86	Y5017	0,00008	0,28	Y5025	0,00006	0,76
Y5002	0,00009	0,53	Y5010	0,00004	1,98	Y5018	0,00008	0,19	Y5026	0,00007	0,61
Y5003	0,00009	0,53	Y5011	0,00004	1,98	Y5019	0,00008	0,47	Y5027	0,00007	0,20
Y5004	0,00009	0,53	Y5012	0,00004	1,36	Y5020	0,00008	0,47	Y5028	0,00007	0,61
Y5005	0,00009	0,35	Y5013	0,00004	2,48	Y5021	0,00008	0,28	Y5029	0,00008	0,56
Y5006			Y5014			Y5022			Y5030		
Y5007	0,00009	0,18	Y5015	0,00004	0,74	Y5023	0,00008	0,09	Y5031	0,00007	0,20
Y5008			Y5016			Y5024			Y5032		
Código laboratorio											
2013-012			2013-014			2013-026					
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n			
filtro	Lab. Part.		filtro	Lab. Part.		filtro	Lab. Part.				
	k=2			k=2			k=2				
Y5049	0,00007	0,00	Y5033	0,00008	0,38	Y5041	0,00006	1,19			
Y5050	0,00007	0,20	Y5034	0,00008	0,38	Y5042	0,00005	1,74			
Y5051	0,00007	0,20	Y5035	0,00008	0,38	Y5043	0,00006	1,52			
Y5052	0,00007	0,10	Y5036	0,00008	0,47	Y5044	0,00005	3,37			
Y5053	0,00007	0,40	Y5037	0,00008	0,38	Y5045	0,00006	1,84			
Y5054			Y5038			Y5046					
Y5055	0,00007	0,10	Y5039	0,00008	0,19	Y5047	0,00005	0,58			
Y5056			Y5040			Y5048					

Tabla XIV - Índice de compatibilidad entre la pesada inicial del ISCIII y la de los laboratorios participantes para los filtros de 47 mm

Los laboratorios 2013-009 y 2013-026 (tabla XIV) presentan diferentes incertidumbres dentro de sus laboratorios, para los filtros de 47 mm de diámetro, para prácticamente la misma masa. En consecuencia, se debería revisar el cálculo de sus incertidumbres. A pesar de esto, el E_n no satisfactorio es debido a las masas obtenidas en los laboratorios participantes.

Los laboratorios 2013-023 y 2013-026 (tabla XV) presentan diferentes incertidumbres dentro de sus laboratorios, para los filtros de 150 mm de diámetro. Aunque las masas son diferentes se debería revisar el cálculo de sus incertidumbres. Pero el E_n no satisfactorio parece ser debida a las masas obtenidas en dichos laboratorios.

Código laboratorio								
2013-001			2013-008			2013-009		
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n
filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2	
Y5201	0,00109	0,06	Y5209	0,00008	0,42	Y5217	0,00058	0,20
Y5202	0,00109	0,27	Y5210	0,00008	0,33	Y5218	0,00058	0,24
Y5203	0,00109	0,45	Y5211	0,00008	0,54	Y5219	0,00058	0,25
Y5204	0,00109	0,25	Y5212	0,00008	0,28	Y5220	0,00058	0,29
Y5205	0,00109	0,42	Y5213	0,00008	0,59	Y5221	0,00058	0,15
Y5206			Y5214			Y5222		
Y5207	0,00109	0,18	Y5215	0,00008	0,39	Y5223	0,00058	0,09
Y5008			Y5216			Y5224		
Código laboratorio								
2013-012			2013-014			2013-018		
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n
filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2	
Y5265	0,00032	0,21	Y5225	0,00090	0,18	Y5233	0,00071	0,13
Y5266	0,00032	0,36	Y5226	0,00090	0,09	Y5234	0,00071	0,11
Y5267	0,00032	0,55	Y5227	0,00090	0,15	Y5235	0,00071	0,08
Y5268	0,00032	0,33	Y5228	0,00090	0,13	Y5236	0,00071	0,29
Y5269	0,00032	0,41	Y5229	0,00090	0,19	Y5237	0,00071	0,05
Y5270			Y5230			Y5238		
Y5271	0,00032	0,34	Y5231	0,00090	0,03	Y5239	0,00051	1,03
Y5272			Y5232			Y5240		
Código laboratorio								
2013-023			2013-026			2013-031		
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n
filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2	
Y5241	0,00018	0,70	Y5249	0,00019	1,32	Y5257	0,00058	0,32
Y5242	0,00020	0,20	Y5250	0,00036	3,23	Y5258	0,00058	0,14
Y5243	0,00031	0,76	Y5251	0,00043	0,31	Y5259	0,00058	0,36
Y5244	0,00028	0,02	Y5252	0,00023	1,41	Y5260	0,00058	0,01
Y5245	0,00024	0,60	Y5253	0,00018	1,66	Y5261	0,00059	0,46
Y5246			Y5254			Y5262		
Y5247	0,00029	0,23	Y5255	0,00031	0,16	Y5263	0,00058	0,40
Y5248			Y5256			Y5264		

Tabla XV - Índice de compatibilidad entre la pesada inicial del ISCIII y la de los laboratorios participantes para los filtros de 150 mm

Además, el laboratorio 2013-018 (tabla XV) presenta una diferente incertidumbre para el filtro blanco de laboratorio con respecto a los filtros cargados, mientras su masa es similar a alguno de estos. En consecuencia, se debería revisar su cálculo de incertidumbre.

Código laboratorio								
2013-001			2013-026			2013-032		
Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n	Código	Incert. (g)	E_n
filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2		filtro	Lab. Part. k=2	
Y5401	0,00109	0,71	Y 5409	0,00049	3,66	Y5417	0,00011	0,04
Y5402	0,00109	0,96	Y 5410	0,00033	3,23	Y5418	0,00010	0,54
Y5403	0,00109	1,08	Y 5411	0,00060	3,32	Y5419	0,00009	1,67
Y5404	0,00109	0,80	Y 5412	0,00057	1,80	Y5420	0,00013	1,02
Y5405	0,00109	0,87	Y 5413	0,00036	1,60	Y5421	0,00016	1,21
Y5406			Y5414			Y5422		
Y5407	0,00109	0,91	Y5415	0,00025	0,38	Y5423	0,00008	0,87
Y5408			Y5416			Y5424		

Tabla XVI - Índice de compatibilidad entre la pesada inicial del ISCIII y la de los laboratorios participantes para los filtros de 203 mm x 254 mm

Los laboratorios 2013-023 y 2013-026 (tabla XVI) presentan diferentes incertidumbres dentro de sus laboratorios, para los filtros de 203 mm x 254 mm, para prácticamente la misma masa. En consecuencia, deberían revisar el cálculo de sus incertidumbres.

En las tablas XVII (filtros de 47 mm de diámetro), XVIII (filtros de 150 mm de diámetro) y XIX (filtros de 203 mm x 254 mm) se resume el desempeño de los laboratorios participantes a través del cálculo del índice de compatibilidad E_n obtenidos del análisis gravimétrico de los filtros realizado en el ISCIII (pesada inicial), las efectuadas por los laboratorios participantes y las respectivas incertidumbres del ISCIII y las reportadas por estos últimos.

Código Laboratorio	Filtros			
	Cargado (5)		Blanco de laboratorio (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	5	-	1	-
2013-005	-	5	1	-
2013-008	5	-	1	-
2013-009	5	-	1	-
2013-012	5	-	1	-
2013-014	5	-	1	-
2013-026	-	5	1	-

Tabla XVII - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 47 mm de diámetro entre la pesada del ISCIII y la del laboratorio participante

Con respecto a los filtros cargados de 47 mm de diámetro (tabla XVII) todos los laboratorios participantes, excepto 2013-005 y 2013-026, han obtenido un estadístico $E_n \leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio, para los 5 filtros cargados enviados. Así mismo, para los análisis gravimétricos de los filtros blancos de laboratorio de 47 mm de diámetro, realizados por los laboratorios, todos los estadísticos E_n han sido $\leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio.

Código Laboratorio	Filtros			
	Cargado (5)		Blanco de laboratorio (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	5	-	1	-
2013-008	5	-	1	-
2013-009	5	-	1	-
2013-012	5	-	1	-
2013-014	5	-	1	-
2013-018	5	-	-	1
2013-023	5	-	1	-
2013-026	1	4	1	-
2013-031	5	-	1	-

Tabla XVIII - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 150 mm de diámetro entre la pesada del ISCIII y la del laboratorio participante

Con respecto a los filtros cargados de 150 mm de diámetro (tabla XVIII) todos los laboratorios participantes (excepto el laboratorio 2013-026), han obtenido un estadístico $E_n \leq 1,0$ lo que se considera satisfactorio, para los 5 filtros cargados enviados. Así mismo, para los análisis gravimétricos de los filtros blancos de laboratorio de 150 mm de diámetro realizados por los laboratorios, excepto el laboratorio 2013-018, todos los estadísticos E_n han sido $\leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio.

Código Laboratorio	Filtros			
	Cargado (5)		Blanco de laboratorio (1)	
	Satisfactorio	Insatisfactorio	Satisfactorio	Insatisfactorio
2013-001	4	1	1	-
2013-026	-	5	1	-
2013-032	2	3	1	-

Tabla XIX - Número de valores E_n obtenidos para los filtros de 203 x 254 mm entre la pesada del ISCIII y la del laboratorio participante

Finalmente, con respecto a los filtros cargados de 203 mm x 254 mm (tabla XIX), para todos los laboratorios participantes, el estadístico E_n ha sido $> 1,0$, lo que se considera insatisfactorio, para uno o varios de sus filtros. Sin embargo, para los análisis gravimétricos de los filtros blancos de laboratorio de 203 mm x 254 mm, realizados por los laboratorios, todos los estadísticos E_n han sido $\leq 1,0$, lo que se considera satisfactorio. Esto hecho puede ser debido a la necesidad de preacondicionamiento mencionada anteriormente.

4 CONCLUSIONES

A la vista de los resultados obtenidos en esta intercomparación, se pueden establecer las siguientes conclusiones:

4.1 Estudio de estabilidad y desempeño

Estudio de estabilidad de los filtros de 47 mm de diámetro

- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados indica que solo para 5 de los 7 laboratorios participantes, el estadístico E_n es satisfactorio, para todos los filtros enviados. Sin embargo, para todos los filtros blancos de laboratorio para los 7 laboratorios participantes, el estadístico E_n es satisfactorio, para todos los filtros enviados.
- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros de transporte (cargados y blancos), a lo largo del periodo de intercomparación ha dado como resultado que los filtros enviados y retornados sin pesar por los 7 laboratorios, tienen un estadístico E_n satisfactorio.

Desempeño para los filtros de 47 mm de diámetro

- El estadístico E_n , se ha considerado satisfactorio para todos los filtros cargados analizados para 5 de los 7 laboratorios participantes. Los dos laboratorios no satisfactorios se debe a las diferencias de sus resultados de pesada (filtros cargados) con las realizadas en el ISCIII
- El estadístico E_n , se ha considerado no satisfactorio para todos los filtros cargados analizados para 2 de los 7 laboratorios participantes.
- El estadístico E_n , se ha considerado satisfactorio para los filtros blancos de laboratorio analizados para los 7 laboratorios participantes.

Estudio de estabilidad de los filtros de 150 mm de diámetro

- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados indica que para los 9 laboratorios participantes, el estadístico E_n es satisfactorio para todos los filtros enviados. Esta misma situación ocurre para todos los filtros blancos de laboratorio de los 9 laboratorios participantes, siendo el estadístico E_n también satisfactorio para todos los filtros enviados.
- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros de transporte (cargados y blancos), a lo largo del periodo de intercomparación ha dado como resultado que los filtros enviados y retornados sin pesar por los 9 laboratorios, tienen un estadístico E_n satisfactorio.

Desempeño para los filtros de 150 mm de diámetro

- El estadístico E_n , se ha considerado satisfactorio para todos los filtros cargados analizados para 8 de los 9 laboratorios participantes.

- El estadístico E_n , solo se ha considerado no satisfactorio para cuatro de los cinco filtros cargados analizados para 1 de los 9 laboratorios participantes.
- El estadístico E_n , se ha considerado satisfactorio para los filtros blancos de laboratorio analizados para 8 laboratorios participantes e insatisfactorio para el restante.

Estudio de estabilidad de los filtros de 203 mm x 254 mm

- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros cargados indica que para 3 laboratorios participantes, el estadístico E_n es satisfactorio para todos los filtros enviados. Sin embargo, para los filtros blancos de laboratorio enviados, el estadístico E_n es insatisfactorio para los 3 laboratorios participantes.
- El estudio de estabilidad de la masa de los filtros de transporte (cargados y blancos), a lo largo del periodo de intercomparación ha dado resultados diferentes. Así, mientras para los filtros cargados de transporte enviados y retornados sin pesar por los 3 laboratorios tienen un estadístico E_n satisfactorio, los filtros blancos de transporte no cumplen este criterio.

Desempeño para los filtros de 203 mm x 254 mm

- El estadístico E_n , se ha considerado no satisfactorio para todos los filtros cargados analizados por 1 de los 3 laboratorios participantes.
- El estadístico E_n , solo se han considerado satisfactorios para varios de los filtros cargados analizados por 2 de los 3 laboratorios participantes.
- El estadístico E_n , se ha considerado satisfactorio para los filtros blancos de laboratorio analizados por los 3 laboratorios participantes.

4.2 Incertidumbres de medida

Con respecto a las incertidumbres informadas por los laboratorios participantes, se considera que:

- Para los filtros de 47 mm de diámetro, todos los laboratorios participantes presentan unas incertidumbres adecuadas, aunque los laboratorios 2013-009 y 2013-026 dan distintas incertidumbres para masas similares que deberían recalcularse.
- Para los filtros de 150 mm de diámetro todos los laboratorios presentan incertidumbres adecuadas. Sin embargo, aunque adecuadas, los laboratorios 2013-018 (filtro blanco de laboratorio), 2013-023, 2013-026 y 2013-031 dan incertidumbres distintas para masas que son similares por lo que se deberían recalcular.
- Para los filtros de 203 mm x 254 mm, los laboratorios participantes 2013-026 y 2013-032 dan unas incertidumbres posiblemente subestimadas y se recomienda que se vuelvan a calcular.

4.3 Otras

Los resultados obtenidos con los filtros blancos de transporte llevan a la conclusión de que en las siguientes intercomparaciones de masa de partículas, no se contemplarán los filtros de 203 mm x 254 mm.

Majadahonda, 29 de julio de 2014