



MX9800056

PROCEDIMIENTO A SEGUIR EN UN ESTUDIO DE INTERCOMPARACION PARA LA DETERMINACION DE ELEMENTOS TRAZA EN MUESTRAS DE SUELO POR ESPECTROMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

**LAURA A. SANCHEZ PAZ
ANA MA. BENAVIDES MEJIA
ININ**

INTRODUCCION

En el análisis de muestras ambientales es importante establecer metodologías adecuadas dentro de los diferentes laboratorios para mejorar la calidad de los resultados obtenidos, y poder establecer una red de laboratorios calificados para efectuar análisis enfocados principalmente al área ambiental.

Los ejercicios de intercomparación son uno de los mejores medios de que dispone un laboratorio para evaluar la calidad de su trabajo.

Un ejercicio de intercomparación se basa en la aceptación por parte de varios laboratorios de llevar a cabo un mismo trabajo analítico bajo la coordinación de una organización, con objeto de evaluar la calidad de su trabajo, de evaluar un método o bien determinar el contenido de un elemento o de un compuesto en un material.

La misión principal de la organización responsable de un ejercicio de intercomparación es la de establecer los objetivos del mismo, las condiciones de participación de los laboratorios, asegurar la calidad y estabilidad de la muestra objeto de estudio, así como el realizar un tratamiento estadístico de los resultados

El laboratorio participante debe a su vez comprometerse a seguir la normativa y condiciones establecidas por la organización, que variarán según el tipo de ejercicio en el que participe.

A nivel regional, nacional e internacional se organizan ejercicios de intercomparación ya sea para mejorar la calidad de las medidas, o como parte de un programa de calidad que finalmente llevará a la acreditación de un laboratorio, esto es a la aceptación por quien corresponda de la capacidad de un laboratorio de llevar a cabo con garantía de calidad unas determinaciones específicas.

Actualmente se cuenta con materiales certificados de referencia de muestras ambientales, que ayudan a determinar la exactitud de un método analítico, y por tanto poder obtener resultados confiables.

Los ejercicios de intercomparación que se llevan a cabo en el Departamento de Análisis Químicos con el OIEA (Organismo Internacional de Energía Atómica) a través de ARCAL IV (Acuerdos Regionales de Cooperación para América Latina), tienen como objetivos evaluar la calidad de los laboratorios analíticos, y con ayuda de materiales certificados de referencia mejorar los resultados analíticos, pudiendo identificar los distintos tipos de errores que se producen a lo largo del proceso analítico y que producen incertidumbre en las mediciones analíticas.

El presente estudio se llevó a cabo en Julio de 1995 en una muestra ambiental (suelo) la cual fue proporcionada por el OIEA, el análisis se efectuó utilizando la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica utilizando flama.

OBJETIVO

Mostrar el plan de trabajo a seguir para el análisis de 8 elementos en una muestra de suelo de Rusia en un ejercicio de intercomparación con el OIEA utilizando la técnica de Espectrometría de Absorción Atómica utilizando flama

MATERIAL Y METODOS

Determinación de la Humedad

Debe efectuarse en el momento mismo del análisis, para reportar los resultados en peso seco, determinándose como sigue:

Tomar una cantidad de al menos 2 g y extender de modo que se forme una capa no superior a 0.5 cm y secar en estufa durante al menos dos horas a 105 °C hasta obtener peso constante.

Preparación de las muestras y Material Certificado de Referencia

En este ejercicio se utilizó como material certificado de referencia (MCR) un suelo de Australia SOIL 7 recomendado por el OIEA.

Tanto las muestras como el material certificado de referencia se prepararon seis veces.

Procedimiento:

1. Se pesa 1 g de la muestra y/o MCR en vasos de teflón de 200 o 250 ml.
2. Se adicionan 10 ml de HNO₃ conc. y 10 ml de HF conc.
3. Se calienta a vapor o en parrilla eléctrica hasta evaporación total.
4. Se repite la adición de ácidos y se deja evaporar nuevamente.
5. Se adiciona 1 ml de HClO₄ conc. y se lleva nuevamente a sequedad

6. Se agregan 3 ml de HNO₃ conc. y 1 ml de HCl conc. y se vuelve a evaporar
7. Se recupera con 5 ml de HNO₃ y trasvasa a vaso de precipitado de vidrio de 250 ml para volver a llevar a sequedad.
8. Se redisuelve en 3 ml de HNO₃, se filtra si es necesario y se afora a 50 ml con agua bidestilada
9. Se analiza por Espectrometría de Absorción Atómica utilizando flama.
10. Se preparan patrones para el análisis de cada elemento a partir de soluciones titrisol de 1000 ppm

RESULTADOS

Ver Tabla I y II.

TRATAMIENTO DE LOS RESULTADOS

La realiza la organización responsable del ejercicio. En este caso, los resultados se reportan en los formatos preestablecidos que se enviaron junto con las muestras, además de que se vacían los resultados a una hoja de cálculo de Excel o Lotus para facilitar la recopilación y análisis de la información proporcionada por los demás laboratorios.

DISCUSION DE RESULTADOS

La variación obtenida en los resultados al efectuar una serie de repeticiones, produce una incertidumbre, que debe ser tan pequeña como sea posible, por lo que en la práctica es importante considerar las fuentes que producen errores aleatorios o sistemáticos, tales como:

- Reproducibilidad de las medidas (precisión)
- Incertidumbre en la calibración del equipo empleado
- Desviación sistemática de las medidas
- Incertidumbre en la preparación de muestras : pesada, tratamiento de la muestra, diluciones, etc.
- Incertidumbre en blancos
- Incertidumbre en la lectura de los instrumentos.
- Incertidumbre en el cálculo de resultados.

En una gran mayoría de ejercicios de intercomparación es el propio laboratorio el que evalúa sus resultados al recibir el informe final por parte de la organización

responsable. La exclusión de los valores hallados por un laboratorio indica la existencia de un error que debe ser buscado, encontrado y corregido. En algunos casos las fallas pueden ser del laboratorio organizador en cuanto a la estabilidad de la muestra o al tratamiento no adecuado de resultados.

El uso de la metodología de diseño, preparación de la muestra y tratamiento de los resultados adecuado, considerando normas oficiales recomendadas por organismos internacionales que trabajan en el tema, da garantías suficientes sobre la bondad tanto de los materiales suministrados como del tratamiento al que se han sometido los resultados.

CONCLUSIONES

Para que un laboratorio de Análisis Químicos cumpla con calidad sus determinaciones, debe evaluarse continuamente tanto interna como externamente.

La evaluación interna la lleva a cabo mediante:

Mediciones repetitivas sobre una misma muestra

El uso de patrones internos (aquellas muestras que han sido analizadas por un procedimiento estándar o por varias técnicas analíticas y que se conoce lo suficiente su composición o propiedades.)

Mediciones por métodos independientes o definitivos, métodos que han sido probados por algún organismo oficial y recomendados por ellos.

Auditorías internas

Evaluación externa:

Mediante ejercicios de intercomparación

Intercambio de muestras entre laboratorios

Uso de materiales de referencia certificados

Auditorías externas

En general, la participación en ejercicios de intercomparación es un medio muy útil para mejorar la calidad de los resultados analíticos, reducir los errores en el laboratorio, motivar al personal de laboratorio para trabajar mejor y demostrar ante quien concierna la calidad de sus resultados.

La experiencia de distintos responsables de ejercicios de intercomparación muestra que a medida que un laboratorio participa en este tipo de evaluaciones externas aumenta la calidad de sus resultados tanto en lo que se refiere a la exactitud como a la reproducibilidad que se consigue.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

- (1). J. K. Taylor, "Quality Assurance of Chemical Measurements", Lewis, Pu., Michigan 1987.
- (2). W. Horwitz, L.R. Kamps, K. W. Boyer, J. Assoc. Off Anal. Chem., 63, 1344 (1980)

TABLA I

SAMP CODE	DET	UNIT	VAL1	UNC1	VAL2	UNC2	VAL3	UNC3	VAL4	UNC4	VAL5	UNC5	VAL6	UNC6
ARCAL 3	Al	mg/g	48.57	0.17	48.34	0.26	48.50	0.60	49.29	0.83	48.80	0.56	49.00	0.69
ARCAL 3	Ca	mg/g	4.71	0.07	4.72	0.09	4.72	0.10	4.75	0.05	4.90	0.07	4.67	0.07
ARCAL 3	Cr	mg/kg	122.60	1.47	117.12	1.51	124.25	3.17	119.72	0.34	123.90	3.10	122.30	1.70
ARCAL 3	Fe	mg/g	24.92	0.15	24.83	0.15	24.85	0.20	25.25	0.06	25.08	0.17	24.90	0.10
ARCAL 3	K	mg/g	18.88	0.07	18.71	0.35	19.37	0.91	19.25	0.58	19.16	0.29	19.27	0.54
ARCAL 3	Mg	mg/g	4.39	0.03	4.41	0.18	4.51	0.12	4.30	0.04	4.23	0.04	4.60	0.09
ARCAL 3	Mn	mg/kg	1530.17	6.50	1524.70	13.74	1539.62	16.59	1518.00	24.16	1530.00	10.67	1502.70	8.61
ARCAL 3	Zn	mg/kg	59.86	0.75	59.93	0.90	63.98	1.41	61.29	0.99	61.43	2.38	62.55	2.74
QA MAT-3	Al	mg/g	49.15	0.64	50.04	0.61	50.01	0.71	50.29	0.90	48.67	0.53	48.10	0.45
QA MAT-3	Ca	mg/g	165.91	0.95	159.05	3.20	162.56	4.73	164.72	0.92	159.08	1.16	162.70	2.30
QA MAT-3	Cr	mg/kg	54.63	4.04	53.00	2.00	60.75	0.86	50.70	0.80	58.75	3.20	56.10	1.50
QA MAT-3	Fe	mg/g	25.95	0.07	25.84	0.20	26.42	0.43	26.27	0.16	25.85	0.26	26.10	0.10
QA MAT-3	K	mg/g	12.42	0.24	11.85	0.21	12.78	0.51	12.25	0.15	12.32	0.38	12.27	0.23
QA MAT-3	Mg	mg/g	12.21	0.08	11.15	0.31	11.91	0.10	11.91	0.15	11.88	0.25	11.60	1.80
QA MAT-3	Mn	mg/kg	658.00	1.02	664.57	3.25	651.90	2.92	656.05	4.44	660.15	3.25	661.20	2.30
QA MAT-3	Zn	mg/kg	106.67	3.44	104.62	3.35	107.00	1.38	106.02	1.14	106.45	1.68	105.70	1.40

TABLA II.
DESCRIPCION DE LA METODOLOGIA ABREVIADA

IAEA / SOIL-7				MUESTRA SUELO (ARCAL 3)		
ELEMENTO VALOR CERTIFICADO	CONC. SOLUC. PATRON TITRISOL	PESO/DILUCION EMPLEADA	RESULTADO OBTENIDO (PROMEDIO)	PESO/DILUCION EMPLEADA	CONC. SOLUC. PATRON TITRISOL	RESULTADO OBTENIDO
Al 47.0 mg/g [44, 51]	18.0 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/100 ml	49.38 mg/g ± 0.88	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/100 ml	18.0 µg/ml	48.75 mg/g ± 0.352
Cr 60.0 µg/g [49, 74]	0.2 µg/ml + NH ₄ Cl (1%)	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/10 ml	55.65 µg/g ± 3.70	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/10 ml	0.6 µg/ml + NH ₄ Cl (1%)	121.65 µg/g ± 2.73
Fe 25.7 mg/g [25.2, 26.3]	10.0 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/100 ml	26.07 mg/g ± 0.23	1.0000 g/50 ml x 2.0 ml/100 ml	10.0 µg/ml	24.97 mg/g ± 0.16
K 12.1 mg/g [11.3, 12.7]	0.5 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	12.31 mg/g ± 0.30	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	1.0 µg/ml	19.11 mg/g ± 0.25
Mn 631 µg/g [604, 650]	2.0 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 5.0 ml/25 ml	658.64 µg/g ± 4.39	1.0000 g/50 ml x 5.0 ml/25 ml	6.0 µg/ml	1524.20 µg/g ± 12.71
Zn 104.0 µg/g [101, 113]	2.0 µg/ml	1.0000 g/50 ml	106.07 µg/g ± 0.85	1.0000 g/50 ml	2.0 µg/ml	61.51 µg/g ± 1.58
Ca 163.0 mg/g [157, 174]	6.0 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	162.33 mg/g ± 2.83	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	2.0 µg/ml	4.74 mg/g ± 0.08
Mg 11.30 mg/g [11.0, 11.8]	0.5 µg/ml	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	11.77 mg/g ± 0.36	1.0000 g/50 ml x 0.2 ml/100 ml	0.2 µg/ml	4.41 mg/g ± 0.13