



Revista Boliviana de Química

ISSN: 0250-5460

revbolquim@outlook.com

Universidad Mayor de San Andrés
Bolivia

Cáceres Choque, Luis Fernando
ANÁLISIS DE AGUAS, UNA APROXIMACIÓN QUÍMICO ESTADÍSTICA EN ENSAYOS
DE INTERCOMPARACIÓN

Revista Boliviana de Química, vol. 22, núm. 1, -, 2005, pp. 55-63

Universidad Mayor de San Andrés
La Paz, Bolivia

Disponible en: <http://www.redalyc.org/articulo.oa?id=426339667009>

- Cómo citar el artículo
- Número completo
- Más información del artículo
- Página de la revista en redalyc.org

redalyc.org

Sistema de Información Científica

Red de Revistas Científicas de América Latina, el Caribe, España y Portugal

Proyecto académico sin fines de lucro, desarrollado bajo la iniciativa de acceso abierto

ANÁLISIS DE AGUAS, UNA APROXIMACIÓN QUÍMICO ESTADÍSTICA EN ENSAYOS DE INTERCOMPARACIÓN

Luis Fernando Cáceres Choque

Laboratorio de Química Ambiental (LQA), Centro de Investigaciones Nucleares (CIN), Instituto Boliviano de Ciencia y Tecnología Nuclear (IBTEN), Viacha, La Paz, Bolivia, Teléfono-Fax: 2800095
caceresluisfer@yahoo.es

Key words : análisis de aguas, inter-comparación, elementos traza.

RESUMEN

Tomando como base de estudio los resultados estadísticos de un ejercicio de intercomparación, se plantea una discusión del análisis de aguas desde el punto de vista químico y analítico para tratar de explicar los resultados generados.

Entre los aspectos más sobresalientes, se observa que en la región andina prima como técnica analítica la espectrometría de absorción atómica con llama. El orden con el que los laboratorios proporcionan resultados satisfactorios en los parámetros analizados sería: C.E. > Zn > Cu > Ni > Pb > Cd > Cr > As. Se aprecia que el parámetro que se determina de forma satisfactoria es la CE, siendo el Cr el que presenta mayores dificultades a la hora de ser determinado. Asimismo, el Cd se presenta como un elemento conflictivo siendo que el 45,5% de los laboratorios generan resultados no satisfactorios para este elemento, por el contrario, el Zn se muestra como el analito que se determina en forma satisfactoria por el 86% de los laboratorios.

La aplicación o no de digestión (pretratamiento) de la muestra, es un factor interesante de evaluar, ya que tiene efecto en la determinación de Cd, Cu, Cr, Ni y Zn, siendo que en el caso de As y Pb no implica mayores o mejores desempeños. Sin embargo se debe notar que para el caso de As y su determinación por espectrometría de absorción atómica por generación de hidruros, se realiza una reducción previa (pretratamiento) antes de su determinación. Los laboratorios participantes muestran una elevada competencia en la determinación de C.E., Zn, Cu y Ni, siendo que para Pb, Cd, Cr y As, se tiene un desempeño de regular a deficiente.

ABSTRACT

Taken as a base study, the statistical results of a comparative exercise, offers the possibility for a discussion, from a chemical and analytical point of view, of water analysis in order to explain the generated results in laboratories of the Andean Region.

Atomic absorption spectroscopy is a usual technique in our laboratories which afford results in the following order : C.E. > Zn > Cu > Ni > Pb > Cd > Cr > As. The most important parameter regarding expectable results is C.E. The one representing a considerable number of problems is Chromium. Cadmium as well, is difficult to determine, according to data afforded by 45.5 % of the laboratories generating unexpected results. Regular results are often obtained out of Zn, which is ordinarily satisfactorily determined in 86% of laboratories.

One interesting aspect to evaluate is the application of a previous treatment of samples as for instance acidic digestion. Such treatment effects different results when analyzing Cd, Cu, Cr, Ni and Zn.

Arsenic and lead after the treatment do not manifest important changes. However, atomic absorption applied to arsenic via hydride generation techniques supposes a reduction (pre-treatment) before its determination. The surveyed laboratories show a high competence when determining C.E., Zn, Cu and Ni, on the other hand, Pb, Cd, Cr and As, are hardly ever precisely reported.

INTRODUCCIÓN

Bajo el auspicio del Programa de Ensayo de Aptitud de Agua en el Marco del Programa de Cooperación y Asistencia Técnica en Materia de Calidad de la UE-CAN, se ejecutó entre septiembre y octubre de 2005, el Ejercicio de Intercomparación Aguas-2005, programado y desarrollado por Calitax – Labaqua – Comunidad Andina y distribuido entre los cinco países andinos (Bolivia, Colombia, Ecuador, Perú y Venezuela).

En Bolivia, el enlace administrativo fue la Dirección Técnica de Acreditación DTA del IBMETRO. De un total de 13 laboratorios comunicados, participaron solo 6, 4 de La Paz (AISA, IIS, IGEMA e IBTEN), 1 de Cochabamba (Centro de Aguas y Saneamiento Ambiental UMSS) y 1 de Santa Cruz (SAELABS).

Se proporcionaron dos muestras de agua, una para la determinación de CE (2 frascos de 0,5 litros) y otra para la determinación de arsénico, cadmio, cobre, cromo, níquel, plomo y zinc (2 frascos de 0,5 litros).

Los objetivos establecidos por el programa son [1]:

- ❖ Establecer la capacidad y calidad de la información ambiental en los países andinos
- ❖ Fortalecer los organismos nacionales de acreditación facilitándoles su intervención en la evaluación del desempeño analítico de los laboratorios de ambiente y salud
- ❖ Permitir que los laboratorios conozcan de su competencia técnica en materia de mediciones analíticas en muestras ambientales (agua)

El mencionado ejercicio, permitió por parte del Programa de Cooperación y Asistencia Técnica UE-CAN, definir capacidades y calidad analítica en los laboratorios de la región, creemos que una evaluación “interna” de estos resultados desde un punto de vista químico puede ayudar a comprender el desempeño de los laboratorios. Como indicador de desempeño, se tomó fundamentalmente el criterio Z, definido como:

$$Z = \frac{x_i - A}{s} \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde x_i es el valor medio de la concentración del analito (resultado del laboratorio); A: es el valor asignado (valor convencionalmente verdadero) de concentración del analito y s es una desviación estándar seleccionada [2].

Asumiendo que los resultados siguen una distribución normal con una media μ y una dispersión de $\pm 3s$, entonces los valores de Z tendrán también una distribución normal pero con una media de 0 y una desviación estándar de 1. Así para un 95% de confianza en los resultados, los límites aceptables de Z son de +2 a -2. La clasificación de desempeño (habilidad) en base a Z-Score es:

$$\begin{array}{ll} |Z| < 2 & \text{satisfactorio} \\ 2 \leq |Z| \leq 3 & \text{cuestionable} \\ |Z| > 3 & \text{insatisfactorio} \end{array}$$

RESULTADOS

Se empleó como medio generador de gráficos el software ORIGIN® [3].

Participaron un total de 30 laboratorios de los 45 originalmente programados. En la tabla 1, se presenta un resumen de la participación y desempeños mostrados.

Tabla 1. Laboratorios participantes, ensayos y aceptabilidad

Parámetro	Laboratorios Participantes	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
C.E.	29	28	0	1
As	*18	8	0	8
Cd	*22	10	2	5
Cu	27	21	2	4
Cr	22	10	5	7
Ni	*22	16	0	5
Pb	*25	12	2	9
Zn	28	24	2	2

* Algunos laboratorios presentan resultados como “menor a”, por lo cual no se calcula Z-score.

Como se observa, el desempeño en la determinación de parámetros por los laboratorios participantes, va desde muy bueno (C.E. y Zn), a bueno (Cu, Ni), pasando a regular (Pb, Cd) hasta un bajo desempeño (Cr, As).

A continuación se describe el comportamiento de cada uno de los parámetros y una posible interpretación química de los resultados obtenidos.

Tabla 2. Laboratorios, digestión y aceptabilidad.

Parámetro	Laboratorios Muestra con Digestión	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
CE	1	1	0	0
As	11	5	0	6
Cd	11	7	0	4
Cu	12	11	0	1
Cr	12	3	3	6
Ni	11	7	0	4
Pb	12	6	2	4
Zn	12	12	0	0
Parámetro	Laboratorios Muestra sin Digestión	$Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$Z > 3$
CE	10	10	0	0
As	7	3	0	4
Cd	10	3	1	6
Cu	15	9	2	4
Cr	10	7	2	1
Ni	11	9	0	2
Pb	12	5	0	7
Zn	15	11	2	2

CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA

La conductividad eléctrica (C.E.) fue determinada básicamente por electrometría en las muestras sin digestión. La digestión aplicada por un laboratorio (Tabla 2), parece tener poca influencia, lo cual resulta extraño, puesto de que al ser la C.E., una medida de iones en solución, una digestión implicaría un incremento en la concentración de iones en solución, ya sea por la adición de reactivos de digestión, o por pérdida de solvente (evaporación) incrementando necesariamente la C.E. de la muestra.

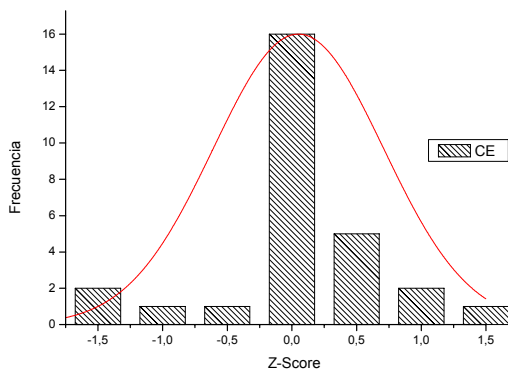


Gráfico 1. Desempeño Analítico, C.E.

De los 29 laboratorios participantes (Tabla 1), 28 reportan valores aceptables, la mayoría con elevada concordancia con el valor asignado. Esto plantea que al tratarse de un parámetro físico-químico, que se obtiene

por medición directa en un equipo de sencilla calibración, es menos susceptible de sufrir efectos interferentes (como en espectrometría de absorción atómica), que modifiquen sustancialmente el valor de lectura final.

Tabla 3. Laboratorios, técnicas analíticas y aceptabilidad.

Parámetro	Laboratorios AAGH	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
As	12	7	0	5
Parámetro	Laboratorios AAL	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
As	3	0	0	3
Cd	17	7	1	9
Cu	25	19	2	4
Cr	20	9	4	7
Ni	19	14	0	5
Pb	20	7	2	11
Zn	25	22	2	1
Parámetro	Laboratorios AAHG	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
As	2	0	0	2
Cd	2	0	1	1
Pb	2	2	0	0
Parámetro	Laboratorios ICP-OES	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
As	1	1	0	0
Cd	2	2	0	0
Cu	1	1	0	0
Cr	1	0	1	0
Ni	2	1	0	1
Pb	2	2	0	0
Zn	1	1	0	0
Parámetro	Laboratorios ICP-MS	$ Z < 2$	$2 \leq Z \leq 3$	$ Z > 3$
Cd	1	1	0	0
Cu	1	1	0	0
Cr	1	1	0	0
Ni	1	1	0	0
Pb	1	1	0	0
Zn	1	1	0	0

ARSÉNICO

De los 18 laboratorios participantes (Tabla 1), 11 laboratorios aplicaron digestión a las muestras (Tabla 2), de los cuales, el 45,5% presentan resultados aceptables ($Z < 2$), mientras que el restante 54,5% presentan resultados inaceptables ($Z > 3$). En esta determinación, se evidencia la presencia de errores sistemáticos (valores medios, por debajo del valor asignado), esto podría deberse a un calentamiento

excesivo de la muestra, lo cual generaría pérdidas de As por volatilización. Un solo laboratorio reportó valores por encima, reflejando una posible contaminación de la muestra en la etapa de digestión. Estos resultados aparentemente anómalos, pudiesen reflejar una tendencia de la región, puesto que de los 8 laboratorios con resultados aceptables, 5 reportan valores por debajo del valor asignado; recuérdese que la región andina tiene varias capitales por sobre los 1000 m.s.n.m. (La Paz a 3648 m.s.n.m., Quito, a 2.850 m.s.n.m., Santafé de Bogotá a 2.640 m.s.n.m., Caracas entre 870 m a 1.043 m.s.n.m., [4]), donde la presión atmosférica es menor, lo cual generaría durante la etapa de digestión, pérdidas de analitos volátiles como es el caso del As. De los 8 laboratorios que presentan resultados no satisfactorios (Tabla 1), 7 presentan valores por debajo del valor asignado, confirmando de alguna manera la hipótesis de la altura.

De los 7 laboratorios que no aplicaron digestión, 3 obtuvieron valores aceptables, esto debido a que para la determinación de As, se aplica una reducción del As (V) a As (III), haciendo innecesaria una digestión ulterior.

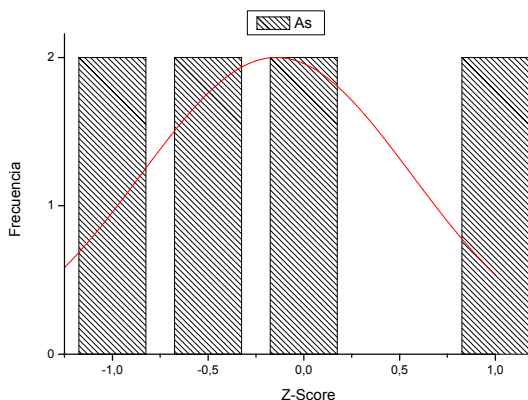


Gráfico 2. Desempeño Analítico, As.

En relación a la técnica analítica aplicada (Tabla 3), de los 8 laboratorios con valores aceptables (Gráfico 2), 7 emplearon la técnica de generación de hidruros. En contraste, los 3 laboratorios que emplearon absorción atómica de llama encontraron valores inaceptables; esto era de esperar, ya que ésta técnica resulta poco sensible en la cuantificación de valores de As a nivel de trazas. Resulta extraño pero no imposible, de que los 2 laboratorios que determinaron As por horno de grafito lo hayan hecho de forma inaceptable; las posibles fuentes de error serían a) el empleo de reactivos contaminados (modificadores y/o ácidos) que generarían resultados por encima del valor esperado y b) un programa de calentamiento con

temperaturas de pirólisis muy elevadas, generando pérdidas del analito antes de llegar a la atomización. Por otro lado, la técnica de ICP-OES empleada por 1 laboratorio resulta también apropiada para la determinación de trazas de As en aguas.

CADMIO

De los 22 laboratorios participantes (Tabla 1), 11 sometieron a digestión la muestra previo a su análisis (Tabla 2), de los que 7 laboratorios presentaron resultados con $Z < 2$, los restantes 4 presentan resultados por encima del valor asignado, debido posiblemente al empleo de reactivos (ácidos) contaminados en la etapa de digestión.

No aplicaron digestión a las muestras 10 laboratorios, de estos, 3 reportan valores con $Z < 2$ y 6 presentan un $Z > 3$. De lo anterior se desprende que para una adecuada determinación de Cd en aguas es conveniente realizar la digestión previa de la muestra.

En relación a la técnica analítica empleada (Tabla 3), 17 laboratorios emplearon absorción atómica de llama, de estos, 7 obtuvieron resultados aceptables y 9 resultados inaceptables. Esto plantea que en la región, se posee un mediano grado de experticia en la determinación de Cd por la técnica de llama, esto también se refleja de alguna manera con que 5 laboratorios reportan como "menor a" y no con un valor numérico.

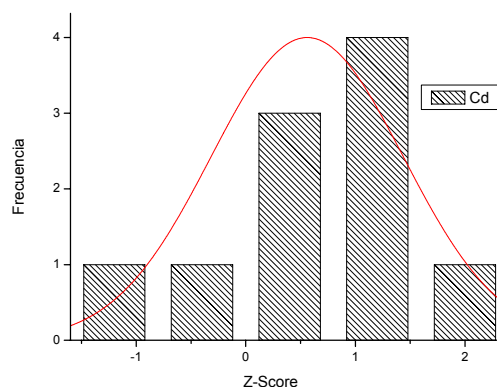


Gráfico 3. Desempeño Analítico, Cd.

Si bien la técnica de horno de grafito es una de las más adecuadas para determinar Cd en aguas, ninguno de los 2 laboratorios que aplicaron la técnica obtuvo resultados satisfactorios, ambos encontraron valores por encima del valor esperado, esto demuestra la presencia de contaminación de reactivos, como en la determinación de As.

Los 2 laboratorios que participaron uno con ICP-OES, y el otro con ICP-MS, obtuvieron resultados satisfactorios.

Como se aprecia en el Gráfico 3, sólo 10 laboratorios presentan valores aceptables, de los cuales el 80% se halla por encima del valor asignado, reflejando un leve pero existente grado de contaminación.

COBRE

De un total de 27 laboratorios que determinaron Cu en aguas (Tabla 1), 12 laboratorios sometieron la muestra a digestión previa (Tabla 2), de estos, el 92% (11 laboratorios) obtuvieron valores de $Z < 2$. Por otro lado, 15 laboratorios analizaron las muestras sin ningún pretratamiento previo (digestión), de estos, 9 obtuvieron resultados aceptables y 4 resultados inaceptables ($Z > 3$).

De los resultados anteriores, se puede inferir que la estabilidad y determinación de la partícula Cu^{2+} no se ve afectada por aplicar o no digestión a la muestra.

La técnica analítica por excelencia empleada para la determinación de Cu fue absorción atómica con llama (Tabla 3), técnica con la cual 19 de los 25 laboratorios obtuvieron resultados aceptables.

Empleando tanto ICP-OES como ICP-MS se obtuvieron resultados satisfactorios (Tabla 3).

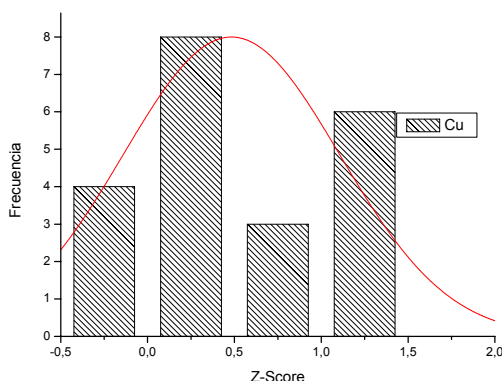


Gráfico 4. Desempeño Analítico, Cu.

Como se aprecia en el Gráfico 4, 17 de los 21 laboratorios con valor aceptable, presentan resultados por encima del valor convencionalmente verdadero, lo cual muestra cierto grado de contaminación o lo que es lo mismo, presencia de errores sistemáticos en la determinación de Cu.

CROMO

De un total de 22 laboratorios que ensayaron este parámetro, sólo 10 obtuvieron resultados aceptables (Tabla 1), esto demuestra inicialmente una seria limitación en los laboratorios de la región. Esta aseveración se manifiesta también en el hecho de que de 12 laboratorios que aplicaron digestión a las muestras (Tabla 2), sólo el 25%, esto es 3 laboratorios reportan resultados satisfactorios, mientras que el 50% (6 laboratorios) presentan valores inapropiados con relación al valor asignado. Asimismo, 8 de los 12 laboratorios, reportan valores por encima del valor convencionalmente verdadero, lo cual demuestra cierto grado de contaminación.

Contrariamente, de los 10 laboratorios que no aplicaron digestión a las muestras, 7 obtuvieron valores con $Z < 2$, y tan sólo el 10% reportó resultados inaceptables.

Por lo anterior, queda casi establecido que la vía adecuada para determinar Cr en aguas es o a) proceder al análisis directo, sin digestión previa, esto debido posiblemente a que en la digestión, se generan especies refractarias (cromita) o especies distintas (Cr^{3+}) de las presentes en los estándares de calibración (Cr^{6+}) que posee una sensibilidad distinta cuando se las determina por absorción atómica de llama, o b) aplicar digestión, empleando reactivos que no generen especies refractarias y/o de mayor calidad.

En relación a las técnicas analíticas aplicadas, sólo el 45% de los laboratorios que emplearon absorción atómica de llama obtuvieron resultados calificados, mientras que el 35% restante obtuvo resultados inaceptables. Esto podría deberse en que en la determinación de Cr, el rol del tipo de llama (estequiometría), altura del quemador, parámetros instrumentales, estados de oxidación y presencia de interferentes (Fe, Ni) fuentes principales de error [5], no fueron debidamente tomadas en cuenta.

Otro dato curioso, fue la determinación de Cr por ICP-OES, el resultado obtenido es cuestionable (Tabla 3), esto es, el valor se halla por encima del aceptable pero dentro del rango $2 \leq |Z| \leq 3$, posiblemente debido a una inadecuada digestión (contaminación) o un leve error de calibración instrumental.

Sin embargo, la técnica ICP-MS, presenta resultados satisfactorios con respecto al valor de referencia.

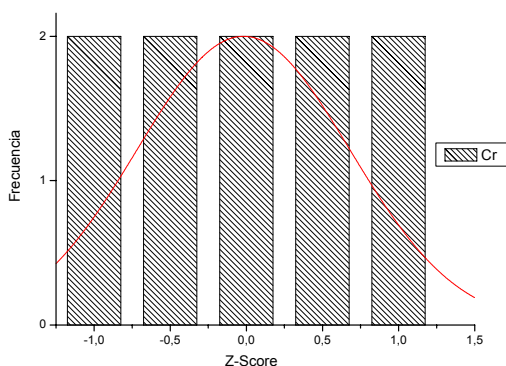


Gráfico 5. Desempeño Analítico, Cr.

Como se aprecia en el Gráfico 5, los 10 laboratorios presentan una dispersión homogénea y normal alrededor del valor convencionalmente verdadero.

NÍQUEL

Este analito fue determinado por 22 laboratorios, de éstos, 11 sometieron las muestras a digestión, 7 de ellos reportaron valores aceptables y 4 resultados inadecuados relacionados siempre con el valor verdadero asignado. Este rendimiento se incrementa cuando de los 11 laboratorios que no aplicaron digestión, 9 encontraron valores aceptables y solo 2 reportaron valores insatisfactorios.

De forma similar al comportamiento del Cr, la determinación de Ni en muestras de agua parece ser más adecuada en muestras sin digerir, es posible también que la adición de ácidos de digestión (HCl, H₂SO₄), generen especies insolubles y/o refractarias.

En relación al empleo de técnicas analíticas, 19 de los 22 laboratorios emplearon absorción atómica de llama, de éstos, 14 obtuvieron resultados aceptables y 5 valores fuera de rango, lo cual demuestra que en la región existe una buena capacidad a la hora de evaluar Ni en aguas.

En el caso de ICP-OES, de los 2 laboratorios que emplearon la técnica, uno obtuvo valores aceptables y el otro laboratorio, valores inadecuados. La técnica de ICP-MS, reporta a través del único laboratorio que emplea la técnica valores aceptables.

Analizando el Gráfico 6, generado por el desempeño de los laboratorios, se observa que de los 16 valores reportados, 14 se encuentran sobre el valor asignado, lo cual muestra nuevamente la presencia de una leve pero existente contaminación de las muestras.

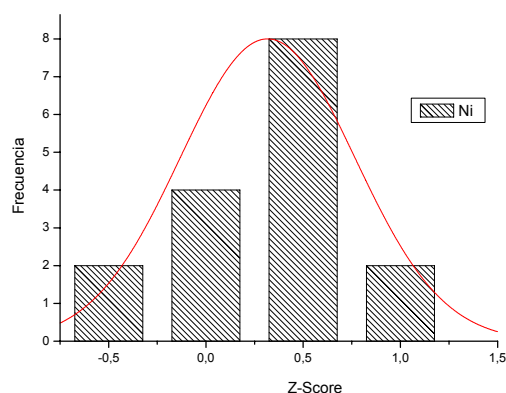


Gráfico 6. Desempeño Analítico, Ni.

El buen desempeño analítico mostrado por la mayoría de los laboratorios en la determinación de Ni en aguas está estrechamente relacionada con las habilidades analíticas de los ensayistas.

PLOMO

En la determinación de Pb en aguas participaron 25 laboratorios (Tabla 1), de los cuales 12 realizaron la digestión de las muestras, de éstos, 6 laboratorios obtuvieron resultados aceptables y 4 valores inaceptables.

De los 12 laboratorios que no aplicaron digestión a las muestras, 5 reportaron valores con $Z < 2$, mientras que 7 laboratorios presentaron resultados incorrectos por encima del valor asignado.

Debido a que la partícula predominante y estable en medio ácido es Pb²⁺, su determinación en muestras a las que se aplica o no digestión tiene casi el mismo grado de dependencia.

La técnica empleada en la mayoría de los laboratorios fue absorción atómica con llama, de un total de 20 laboratorios que aplicaron la técnica, 7 reportaron valores adecuados, mientras que otros 11 presentaron valores inaceptables. Esto plantea la necesidad de un mejor control tanto de la técnica analítica como del procedimiento de digestión, puesto que de los 11 laboratorios con $Z > 3$, 8 reportaron valores por encima del valor asignado, demostrando un claro efecto de contaminación.

La presencia sistemática de contaminación sería reflejada por el Gráfico 7, en el cual, de los 12 laboratorios con valores aceptables, 9 se encuentran por encima del valor verdadero.

El empleo de otras técnicas como horno de grafito, ICP-OES, e ICP-MS por otros laboratorios, genera resultados satisfactorios.

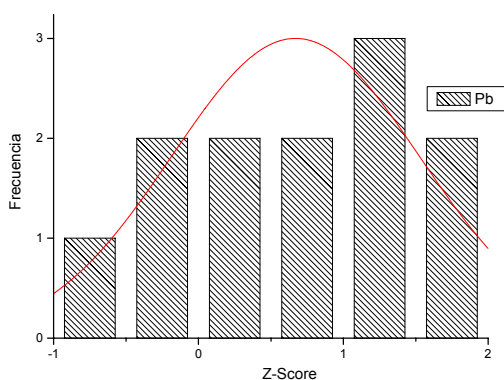


Gráfico 7. Desempeño Analítico, Pb.

ZINC

De un total de 28 laboratorios participantes (Tabla 1) para determinar este parámetro, 12 laboratorios (Tabla 2) procedieron a la digestión de la muestra, obteniendo exitosamente todos resultados aceptables con respecto al valor asignado.

El comportamiento para los 15 laboratorios que no aplicaron digestión a las muestras no fue muy distinto, ya que 11 laboratorios reportaron valores aceptables y sólo 2 laboratorios, presentaron resultados inadecuados.

Por lo anterior, se establece claramente, que el pretratamiento de la muestra (digestión), no incide de forma alguna en la elevada estabilidad del Zn^{2+} en medio acuoso ácido, al igual que en los casos de Cu^{2+} y Pb^{2+} .

Con relación a las técnicas analíticas empleadas y su efectividad (Tabla 3), se observa que 25 de los 28 laboratorios participantes emplearon espectrometría de absorción atómica con llama, de éstos 22 reportaron resultados aceptables y tan sólo 1 laboratorio informó valores anómalos.

El Gráfico 8, reflejaría tendencias mayores por pérdida (14 laboratorios) que por contaminación (10 laboratorios) de Zn.

El empleo de otras técnicas como ICP-OES e ICP-MS, generaron también resultados satisfactorios.

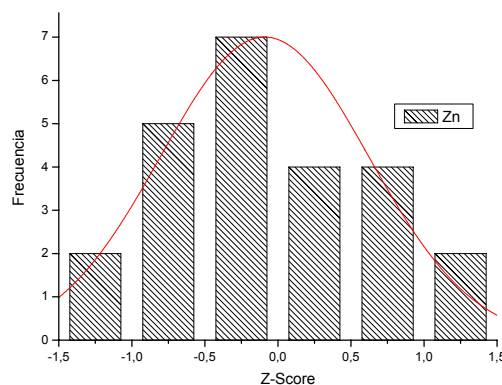


Gráfico 8. Desempeño Analítico, Zn.

DISCUSIÓN Y CONCLUSIONES

Uno de los objetivos centrales del programa de Ensayo de aptitud planteaba el establecimiento de las capacidades y calidad de la información ambiental en los países andinos. Sin lugar a dudas, los resultados generados por Calitax – Labaqua – Comunidad Andina, servirán como una base para establecer el grado real de competencia técnica y calidad de resultados ambientales proporcionados por los laboratorios de la región.

Un dato que llama la atención es la escasa participación de los laboratorios de la región en ensayos de aptitud, algunas veces por falta de una comprensión real de los alcances (beneficios) de estos estudios, otra por la falta de apoyo institucional y la menos “tranquilizadora”, la falta de capacidad para “enfrentar” estos “desafíos” a la competencia técnica de los laboratorios.

La información desarrollada en el presente estudio, basó sus conclusiones técnicas en la publicación proporcionada por los entes ejecutores del programa [1], de hecho si se tuviera información adicional relacionada con los métodos de digestión, tipos de pretratamiento de la muestra, calidad de los reactivos empleados, así como el empleo o no de material de referencia (certificado) y otros, se podrían alcanzar mejores y mayores conclusiones.

Finalmente, se pretende multiplicar una discusión necesaria y conciente en ámbitos químico analíticos responsables de los laboratorios ambientales de la región, instándolas a *ampliar* y *mejorar* sus competencias de calidad así como sus aptitudes técnico – analíticas.

Como corolario, se puntúan a continuación algunas conclusiones del trabajo.

- ❖ Los analitos que se determinan de forma satisfactoria por la mayoría de los laboratorios de la región son C.E., Zn, Cu y Ni (Gráfico 9).
- ❖ Se debe fortalecer en los laboratorios de la región la determinación de As, Cd, Cr y Pb, proporcionándoles métodos de digestión adecuados, material de referencia certificado y propender a continuar con estudios de intercomparación, así como a incentivar la validación de métodos analíticos (Gráfico 10).
- ❖ Se detectó de forma sistemática que muchos de los laboratorios participantes generan resultados por encima de los valores esperados. Esto puede deberse a la contaminación de la muestra por factores como: empleo de infraestructura inadecuada, mala calidad de reactivos y conocimiento limitado de las técnicas analíticas.
- ❖ La generación de pérdidas de analitos volátiles reportadas por algunos laboratorios, puede deberse al empleo de procedimientos demasiado rigurosos para las condiciones locales de tales laboratorios (La Paz, Quito, Bogotá y Caracas).
- ❖ La técnica analítica que prima en la región para la determinación de elementos traza en aguas es espectrometría de absorción atómica de llama.
- ❖ Si bien se establece que es posible determinar (bien) elementos traza como Cd y Pb por absorción atómica de llama, para la determinación de trazas de As se debe recurrir necesariamente a la técnica de absorción atómica de generación de hidruros.

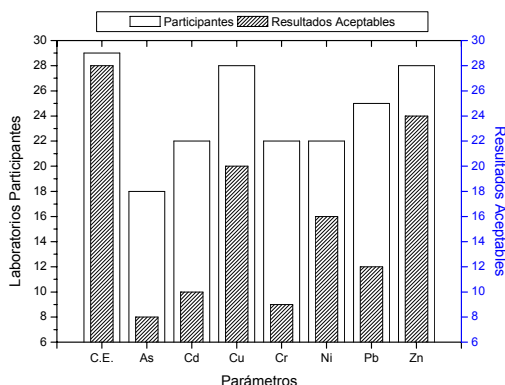


Gráfico 9. Laboratorios y resultados aceptables.

- ❖ La técnica de absorción atómica de llama por sus costos e implicaciones de factibilidad técnica, representa en la región hasta hoy, la mejor

alternativa para la determinación de elementos traza en aguas. Así, ésta técnica es empleada en un 80% de las determinaciones, generando un 35% de respuestas satisfactorias.

- ❖ Un dato interesante, es que de los 30 laboratorios participantes, sólo 1 determinó los 8 parámetros de forma satisfactoria, empleando la técnica de ICP-MS.

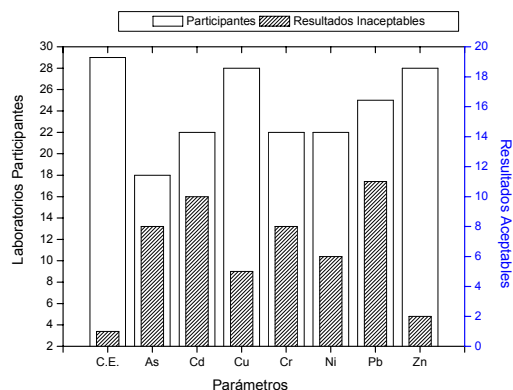


Gráfico 10. Laboratorios y resultados inaceptables.

AGRADECIMIENTOS

A Rocío G. Choque por su profesionalidad a la hora de ejecutar análisis químicos. A Sulema N. Valdez y Rigoberto Choque por sus valiosas contribuciones. A la dirección del IBTEN y a los colegas del LQA del CIN-Viacha por su apoyo fundamental.

REFERENCIAS

- [1] Informe de Ejercicio de Intercomparación, CALITAX-LABAQUA-COMUNIDAD ANDINA, AGUAS-2005, Barcelona – España 24 de octubre 2005.
- [2] Quality in the Analytical Chemistry Laboratory, Crosby, N.T., Day, J.A., Hardcastle, W., Holcombe, D., Treble, R.; ACOL, John Wiley & Sons Ltd, England, 1999.
- [3] OriginPro 7.5 SR0, Copyright © 1991-2003 OriginLab Corporation.
- [4] Enciclopedia Encarta 2005 © ® Microsoft Corporation.
- [5] Quality Assurance for Environmental Analysis. Ed. Quevauviller, Ph., Maier, E.A., Griepnink, B.; Elsevier Science B.V.; Netherlands 1995.

Tabla 4. Resultados globales de Ensayo de Intercomparación.

Código Laboratorio	CE $\mu\text{mhos/cm}$	As $\mu\text{g/L}$	Cd $\mu\text{g/L}$	Cu mg/L	Cr mg/L	Ni mg/L	Pb $\mu\text{g/L}$	Zn mg/L
CAN01	Z < 2	NP	NP	Z < 2	Z > 3	Z < 2	NP	Z < 2
CAN02	Z < 2	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN03	Z < 2	NP	NP	Z < 2	Z < 2	NP	NP	NP
CAN04	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN05	Z < 2	Z < 2	NP	Z < 2	NP	NP	Z > 3	Z < 2
CAN06	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z < 2	Z < 2
CAN07	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN08	Z < 2	NP	NP	Z > 3	$2 \leq Z \leq 3$	Z > 3	Z > 3	$2 \leq Z \leq 3$
CAN09	Z > 3	Z > 3	NP	Z > 3	Z > 3	Z < 2	NP	$2 \leq Z \leq 3$
CAN10	Z < 2	Z > 3	NP	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN11	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z < 2	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2
CAN12	Z < 2	Z < 2	Z > 3	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z < 2
CAN13	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN14	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN15	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN16	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z < 2
CAN17	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN18	Z < 2	NP	NP	Z < 2	Z > 3	NP	Z > 3	Z < 2
CAN19	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	Z > 3
CAN20	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN21	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	NP	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN22	Z < 2	NP	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2	NP	NP	Z < 2	Z < 2
CAN23	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN24	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN25	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN26	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN27	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z > 3	Z < 2
CAN28	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN29	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z < 2	Z > 3	Z > 3	Z > 3	Z < 2
CAN30	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN31	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z > 3	$2 \leq Z \leq 3$	Z > 3	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2
CAN32	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN33	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN34	Z < 2	NP	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN35	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN36	Z < 2	NP	NP	$2 \leq Z \leq 3$	NP	NP	NP	Z < 2
CAN37	Z < 2	NP	NP	Z < 2	Z > 3	NP	Z > 3	Z < 2
CAN38	Z < 2	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN39	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN40	Z < 2	NP	Z < 2	Z > 3	NP	NP	Z > 3	Z > 3
CAN41	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN42	Z < 2	Z < 2	NP	Z < 2	$2 \leq Z \leq 3$	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN43	Z < 2	NP	$2 \leq Z \leq 3$	Z > 3	Z < 2	Z < 2	Z < 2	Z < 2
CAN44	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP
CAN45	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP	NP