

VALIDACIÓN DE MÉTODOS DE ENSAYO: DETERMINACIÓN DE pH Y CONDUCTIVIDAD ELECTROLÍTICA EN AGUAS DE CONSUMO Y CONTINENTALES

Aranda Torrecillas, Álvaro. Laboratorio de Análisis Innoagral. C/Horizonte, 7, 2ª Planta, Módulo 6. Polígono Industrial PISA. Mairena del Aljarafe (41927), Sevilla. Teléf. 954 611 419. E-mail: info@innoagral.com

INTRODUCCIÓN

La validación de un método analítico es un procedimiento que mediante numerosas evaluaciones permite verificar que un procedimiento de análisis químico es adecuado para el objetivo previsto. Validar un método analítico es un requisito fundamental para evaluarlo químicamente. Las características generales empleadas para la validación de métodos analíticos, conocidas como los 8 pasos para la validación, se destacan en la **Tabla 1**.

Tabla 1. Elementos requeridos para la validación según el método analítico.

Características de desempeño del método	Tipo 1	Tipo 2	Tipo 3	Tipo 4
Exactitud	Sí	Sí	*	No
Precisión	Sí	Sí	No	No
Especificidad	Sí	Sí	Sí	Sí
Límite de detección	No	No	Sí	No
Límite de cuantificación	No	Sí	No	No
Linealidad	Sí	Sí	No	No
Rango	Sí	Sí	*	No

*Puede ser requerida en función de la naturaleza de la prueba.

Las determinaciones, tanto del **pH** como la **conductividad**, consisten en análisis de tipo 3, lo que requiere, al menos, estudiar la precisión de estos métodos para su validación. El Real Decreto 140/2003, de 7 de febrero, detalla que para el caso del pH y la conductividad es necesario estudiar la **exactitud** y la **precisión** de ambos, así como los criterios de aceptación para aceptar o rechazar la validación.

IMPORTANCIA DE LOS RECURSOS HÍDRICOS Y CONTROL DE LA CALIDAD

Las fuentes de agua, ya sean disponibles en mayor o menor cantidad, se han contaminado de forma progresiva a lo largo de los años y han sido las causantes de muchas epidemias que diezmaron poblaciones enteras en otros siglos. En la actualidad, disponer de agua en gran cantidad y de buena calidad es una de las principales necesidades humanas. La calidad del agua puede describirse, básicamente, de dos formas:



Midiendo variables físicas (turbidez, sólidos totales, etc.), **químicas** (pH, acidez, etc.) o **biológicas**. Es la forma más sencilla de realizar este procedimiento.



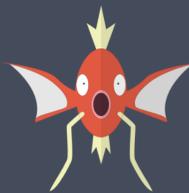
Utilizando un índice de calidad del agua, donde se asocia el valor de determinados parámetros con la calidad del agua o un uso benéfico.

En España, desde 1995, la calidad del agua se encuentra regulada a nivel estatal. Nuestro territorio cuenta con varios reales decretos que discuten los criterios necesarios para alcanzar dicha calidad en los distintos tipos de aguas: **continentales**, **de consumo** y residuales.

Determinar el **pH** y la **conductividad** del agua es por tanto un método sencillo para evaluar la calidad del agua con el fin de cumplir los requisitos establecidos en el Real Decreto 140/2003.



La calidad del agua se basa, en gran parte, en la concentración de distintos constituyentes presentes en su matriz, bien sean de naturaleza física, química o biológica. Se considera constituyente a toda aquella sustancia distinta al agua pura. Muchos de estos constituyentes son beneficiosos para nuestra salud en concentraciones adecuadas. La **contaminación** de un ambiente acuático evidencia la introducción por el hombre directa o indirectamente de materia o energía, lo cual genera problemas como: **daños** en los **organismos vivos**, efectos sobre la **salud humana** e interferencia sobre **actividades económicas**.



EXACTITUD

Cercanía entre el valor medido resultado de una prueba y el valor de referencia aceptado. Una medición es más exacta cuanto menor es la diferencia entre ambos, es decir, el error o la incertidumbre es menor.

Metodología

- Medir el valor del parámetro en primer lugar en soluciones patrón certificadas y a continuación en muestras de la calle. Seguidamente se comparan los valores obtenidos entre sí.
- Es necesario realizar al menos 10 determinaciones en 10 días independientes, con 3 réplicas por determinación. Los rangos a estudiar se establecen en función de los intereses personales (por ejemplo, si la empresa rara vez recibe muestras con un pH de entorno a 3, no se estudia un intervalo que abarque dicho valor).

Resultado

Se expresa como porcentaje, el cual suele ir acompañado de su error relativo (incertidumbre).

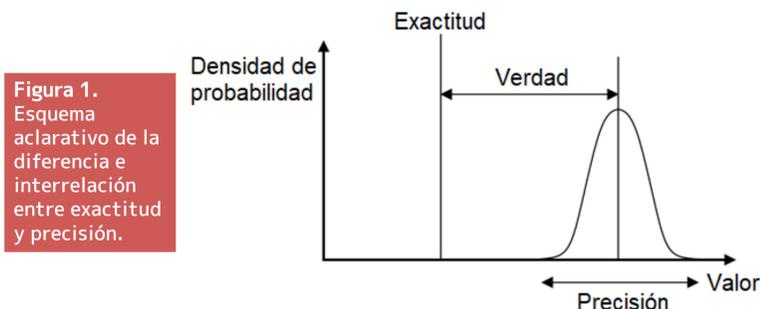


Figura 1. Esquema aclarativo de la diferencia e interrelación entre exactitud y precisión.



PRECISIÓN

Grado de acuerdo entre los resultados de múltiples análisis individuales cuando el método analítico se utiliza repetidamente en varias muestras. Presenta dos términos, denominados repetibilidad y reproducibilidad.

Repetibilidad

- Mediciones empleando siempre unas condiciones fijas.

Reproducibilidad

- Mediciones variando ligeramente las condiciones establecidas.

Metodología

- La precisión del método se determina midiendo alícuotas para poder determinar diferencias estadísticas significativas.
- Es necesario establecer como mínimo 3 intervalos en todo el rango de estudio del método analítico con 3 réplicas de determinación. Como mínimo, se precisan 10 determinaciones por intervalo analizado.

Resultado

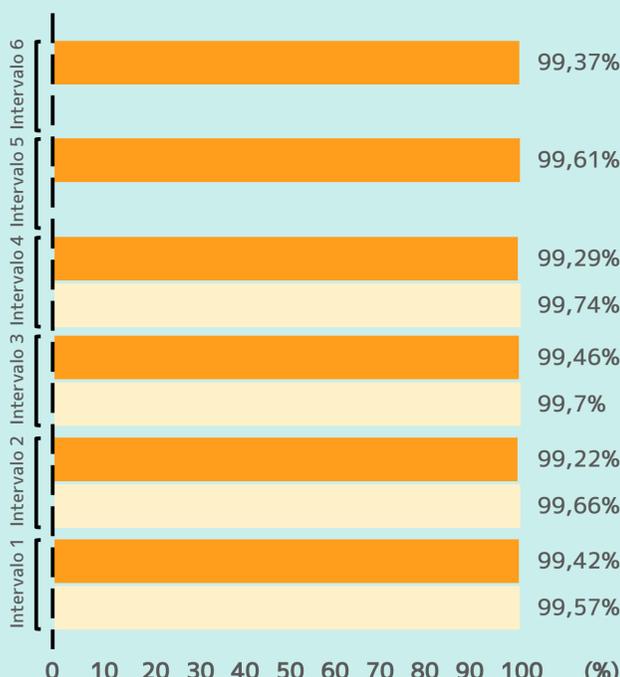
Se expresa como porcentaje mediante el parámetro estadístico denominado coeficiente de variación, o como desviación típica.



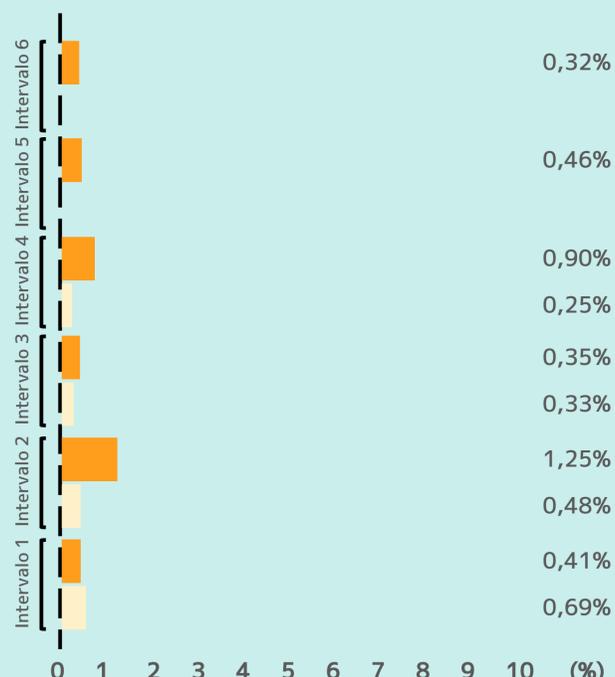
DESCARGA UNA COPIA DEL PÓSTER EN TU DISPOSITIVO

RESULTADOS

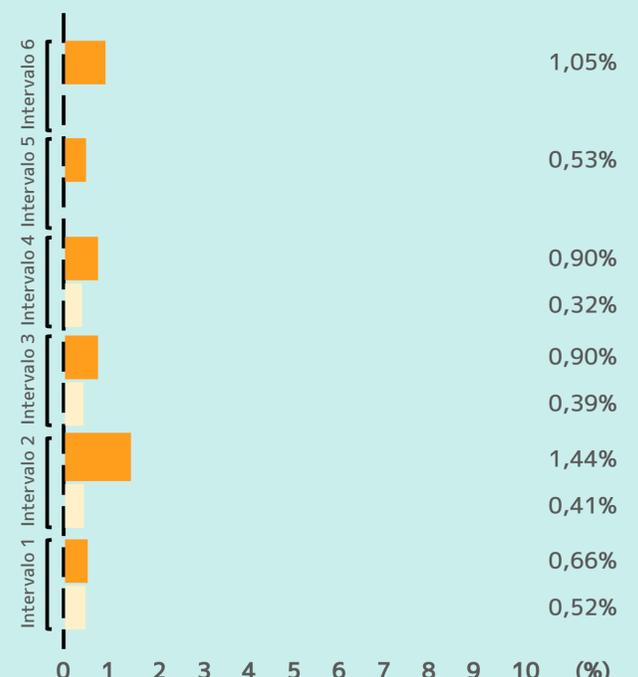
Exactitud



Repetibilidad - CV



Reproducibilidad - CV



pH
3,5-12 upH

Conductividad
80-13000 µS/cm



CONCLUSIÓN

Estas características muestran el rendimiento de ambos métodos analíticos y, por lo tanto, su validez. Cumpliéndose pues los parámetros de desempeño, ambas **validaciones** quedan **aceptadas** en las matrices **agua de consumo** y **agua continental**.