

Centro Universitario de Estudios Medioambientales

Seminarios de la reunión semanal del CUEM

Seminario: 2024-03-25

Expositor: Silvina P. Vaquero

Tema: Determinación de arsénico en aguas y resultados de la validación de la técnica

La determinación de la concentración de arsénico en el agua de consumo es una técnica que se realiza en nuestro laboratorio, que brinda información de extrema importancia para población. Esto obedece a que el consumo prolongado de agua con elevadas concentraciones de arsénico puede asociarse al desarrollo de una patología denominada HACRE (hidroarsenicismo crónico regional endémico). Esta entidad produce diferentes alteraciones, tales como diabetes, hiperqueratosis, algunos tipos de cáncer, entre otras.

La técnica que permite conocer la concentración de arsénico es espectrofotométrica, y emplea una solución de dietilditiocarbamato de plata disuelto en piridina. Gracias a una serie de reactivos colocados en los matraces que contienen la muestra a analizar, si existe presencia de arsénico, este se convierte a arsina. La arsina es un gas que viajará por un perfus e impactará en la solución mencionada anteriormente, la cual cambiará de color. Esta es amarilla, pero -en presencia de arsina- vira a roja, y será tanto más roja cuanto mayor sea la concentración de nuestro elemento de interés. Veamos más detalladamente cómo es la preparación.

Se emplean matraces Erlenmeyer, en los que se colocan 50 ml del agua a testear, 5 ml de ácido clorhídrico, 2 ml de ioduro de potasio 0,1 N, 500 ul de cloruro estañoso 0,84 N y 2 gramos de zinc granulado. Por otro lado, se emplean tubos de Khan en los que se coloca 1 ml de una solución de dietilditiocarbamato de plata disuelto en piridina. Finalmente, se tapa el matraz con un tapón perforado, conectado a un perfus que tendrá un tip en su extremo; tip que será introducido en el tubo de Khan, permitiendo -en caso de que exista- el pasaje de la arsina generada en el matraz. La arsina, como mencionáramos anteriormente, tiene la capacidad de cambiar el color de la solución contenida en el tubo de Khan. Para que este proceso suceda, se debe esperar 8 horas, tras las cuales se procede a la medición, en un espectrofotómetro, a 540 nm.

Algunas precauciones a tener en cuenta al realizar esta técnica son: utilizar guantes de nitrilo al trabajar con piridina, ya que altera el látex; trabajar bajo campana con extractor, y, como en todas las técnicas, trabajar con guardapolvo y guantes. Además, como controles de calidad, se trabaja a ciegas, por duplicado y se realiza un análisis de adición-recuperación. Se mide, además, una solución QC de concentración conocida y se emplea una curva de calibración con cuatro testigos, de 10, 50, 100 y 200 ppm.

Es importante efectuar validaciones de la técnica que se utiliza, para conocer su efectividad a la hora de brindar información sobre la concentración de -en nuestro caso- arsénico en el agua. Esto es independiente de qué técnica sea, todas deberían realizar la validación. Para ello, se efectúan mediciones en tres días diferentes, sin modificar nada en la técnica (sin preparar soluciones nuevas, etc.). El primer día se miden 6 blancos y 6 QC, además de la curva de calibración normal. El segundo y el tercer días, 3 blancos y 3 QC, además de la curva de calibración. Luego, se procesa esa información en un software creado en el entorno R, que ofrece los parámetros de la técnica, los cuales se presentan a continuación:

- Linealidad, R^2 : 0,988
- Variación estándar relativa porcentual de la desviación de la pendiente de la curva de calibración (RSD %): 11,07 %
- LOD (límite de detección): -0,4 ppb
- LOQ (límite de cuantificación): 3,31 ppb
- Veracidad: 87,14 %
- CVr%: repetitividad intraensayo: 4,86 %
- CVR%: precisión intermedia intraensayo: 5,99 %
- Rango lineal: 3,31-200 ppb
- Incertidumbre: Urel (%): 16,38 %.