

## Intercomparación de análisis de isótopos ambientales mediante un programa de ensayo de muestra dividida

Enoc Mamani\*, José Maguiña, Jacinto Valencia, Jorge Condori

Dirección de Investigación y Desarrollo, Instituto Peruano de Energía Nuclear, Av. Canadá 1470, Lima 41, Perú

### Resumen

El presente estudio muestra el desempeño del equipo Láser LGR del Laboratorio de Hidrología del IPEN, mediante comparación de análisis de muestras de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  en un laboratorio de hidrología isotópica nominado por el OIEA como "Centro Designado para el Análisis de Isótopos Estables" para el Acuerdo Regional de Cooperación.

### Abstract

This report shows the performance of laser equipment LGR Hydrology Laboratory of IPEN, by comparing the analysis of samples of  $^{18}\text{O}$  and  $^2\text{H}$  in other isotope hydrology laboratory nominated by the IAEA "Designated Center Stable Isotope Analysis" for the Regional Cooperation Agreement.

### 1. Introducción

La intercomparación entre laboratorios permite determinar el desempeño individual de los mismos, durante la ejecución de ensayos específicos o mediciones comparando los resultados con otros laboratorios similares, también permite monitorear el desarrollo continuo del laboratorio, evaluando el desempeño del personal, la calibración de los equipos y la adecuación a los procedimientos [1]. Para las pruebas de intercomparación uno de los laboratorios debe poseer una capacidad de ensayo más alta; para este estudio se seleccionó un laboratorio de hidrología isotópica nominado por el Organismo Internacional de Energía Atómica (OIEA).

Los principales propósitos de las comparaciones entre laboratorios son:

- a) Asignar valores a los materiales de referencia.
- b) Describir la capacidad de un método.
- c) Normalizar los laboratorios.

Los tipos de ensayos de comparación son:

- Programas de comparación de mediciones.
- Programas de ensayos interlaboratorios.
- Programas de ensayos de muestras divididas.
- Programas cualitativos.
- Programas de valores conocidos.
- Programas de procesos parciales.

El programa de ensayo de muestra dividida es el seleccionado como método de intercomparación, siendo utilizado por los clientes de los laboratorios y algunos organismos reguladores.

### 2. Desarrollo experimental

#### 2.1 Materiales y equipos

- Espectrómetro láser LGR DLT-100, modelo 908-0008-2001 (Figura 1), para la medición de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  [2].
- Espectrómetro de masas FINNIGAN MAT 252 para la medición de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$ .
- GPS.
- Papel filtro.
- Envases de 50 ml.



**Figura 1.** Espectrómetro láser.

#### 2.2 Metodología

La metodología empleada aborda la intercomparación de análisis de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  de muestras de aguas superficiales y subterráneas. Los participantes son el

\* Correspondencia autor: emamani@ipen.gob.pe

Laboratorio de Hidrología Isotópica del IPEN y un laboratorio de hidrología isotópica seleccionado por el OIEA denominado "Centro Designado para el Análisis de Isótopos Estables". La metodología del estudio consistió en:

- Selección del método de intercomparación: Programa de ensayos de muestras divididas.
- Selección de muestras superficiales (río: 3 muestras, laguna: 2 muestras) y subterráneas (manantial: 1 muestra y aguas de filtración: 4 muestras).
- Muestreo de aguas, homogenización y división de las muestras para los dos laboratorios.
- Empacado, etiquetado y envío de las muestras para análisis.
- Análisis de muestras divididas por isótopos de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  en el Laboratorio de Hidrología Isotópica del IPEN y el laboratorio de hidrología de referencia.
- Informe de resultados.
- Análisis de datos.
- Elaboración del informe final.

### 3. Resultados y Discusión

En la Tabla 1 se muestran los resultados para  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  obtenidos en el Espectrómetro de masas FINNIGAN MAT 252 del laboratorio de isótopos ambientales acreditado, donde se realizaron 4 análisis por muestra.

**Tabla 1.** Resultados de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$ .

Cód. Lab.	Fecha de Análisis	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$
IPEN-1	13/12/2010	-21,9	-2,63
IPEN-2	13/12/2010	-17,5	-1,48
IPEN-3	13/12/2010	-27,1	-3,89
IPEN-4	13/12/2010	-21,1	-3,00
IPEN-5	13/12/2010	-29,6	-4,49
IPEN-6	13/12/2010	-15,0	-1,80
IPEN-7	13/12/2010	-108,8	-14,48
IPEN-8	13/12/2010	-108,8	-14,53
IPEN-9	13/12/2010	-38,4	-5,66
IPEN-10	13/12/2010	-107,5	-14,26

Nota: Resultados en  $\delta_{\text{‰}}$  (delta por mil referido a VSMOW. Incerteza ( $\mu$ )  $^{18}\text{O}$  es de +/- 0,05 ‰ y en  $^2\text{H}$  es de +/- 1‰

Laboratorio acreditado isótopos ambientales.

En la Tabla se muestran los resultados de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$  obtenidos en el Espectrómetro Láser LGR DL-100 del Laboratorio de Isótopos ambientales del IPEN, donde se analizó en 4 ciclos de 6 repeticiones cada ciclo (24 análisis por muestra).

**Tabla 2.** Resultados de  $^{18}\text{O}$  y  $^2\text{H}$ .

Cód. Lab	Fecha de último análisis	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$
IPEN-1	05/01/11	-22,32	0,46	-2,62	0,12
IPEN-2	05/01/11	-18,02	-2,62	-1,53	0,12
IPEN-3	05/01/11	-28,00	-1,53	-3,83	0,11
IPEN-4	05/01/11	-21,81	-3,83	-3,07	0,11
IPEN-5	05/01/11	-29,73	0,75	-4,67	0,10
IPEN-6	05/01/11	-15,08	1,23	-1,71	0,15
IPEN-7	05/01/11	-108,64	0,94	-14,37	0,12
IPEN-8	05/01/11	-109,86	0,81	-14,43	0,11
IPEN-9	05/01/11	-39,00	0,86	-5,83	0,12
IPEN-10	05/01/11	-106,95	0,91	-14,33	0,11

Nota: La desviación estándar  $s$ - ( $\sigma$  para el  $\delta^2\text{H}$  debe ser inferior a 2 ‰ y para  $\delta^{18}\text{O}$  debe ser inferior a 0,3 ‰, para que sean aceptables.

Laboratorio de Isótopos Ambientales, IPEN.

#### 3.1. Estadística del desempeño

La estadística de desempeño está dada por la diferencia porcentual, así tenemos:

$$\text{Diferencia} = x - X$$

$x$  = resultado reportado por el laboratorio IPEN.

$X$  = Valor reportado por el laboratorio acreditado.

$$\text{Diferencia en \%} = \{(x - X) \div X\} * 100$$

Así tenemos la estadística de desempeño para el  $^2\text{H}$  (Tabla 3):

**Tabla 3.** Desempeño del  $^2\text{H}$ .

Cód. Lab.	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$ CCHEN	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$ IPEN	Diferencia en %
IPEN-1	-21,9	-22,32	1,92
IPEN-2	-17,5	-18,02	2,97
IPEN-3	-27,1	-28,00	3,31
IPEN-4	-21,1	-21,81	3,37
IPEN-5	-29,6	-29,73	0,44
IPEN-6	-15,0	-15,08	0,53
IPEN-7	-108,8	-108,64	0,15
IPEN-8	-108,8	-109,86	0,97
IPEN-9	-38,4	-39,00	1,56
IPEN-10	-107,5	-106,95	0,51
Diferencia promedio =			1,573

De la misma manera obtenemos la estadística de desempeño para el  $^{18}\text{O}$  (Tabla 4).

**Tabla 4.** Desempeño del  $^{18}\text{O}$ .

Cód. Lab.	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$	Diferencia en %
	CCHEN	IPEN	
IPEN-1	-2,63	-2,62	0,25
IPEN-2	-1,48	-1,53	3,10
IPEN-3	-3,89	-3,83	1,60
IPEN-4	-3,00	-3,07	2,25
IPEN-5	-4,49	-4,67	3,96
IPEN-6	-1,80	-1,71	5,00
IPEN-7	-14,48	-14,37	0,78
IPEN-8	-14,53	-14,43	0,71
IPEN-9	-5,66	-5,83	3,08
IPEN-10	-14,26	-14,33	0,47
	Diferencia promedio		2,12

### 3.2 Evaluación del desempeño

$$Z\text{score} = (x - X) \div s$$

x = resultado del laboratorio participante

X = Valor asignado

s = Desv. Stand. de los resultados obtenidos por el laboratorio del IPEN

$|Z| \leq 2$  = Satisfactorio

$2 < |Z| < 3$  = Cuestionable

$|Z| \geq 3$  = No satisfactorio

Así tenemos la evaluación del desempeño (Zscore) para el  $^2\text{H}$  (Tabla 5).

**Tabla 5.** Evaluación del Desempeño del H-2.

Cód. Lab.	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$	$\delta_{\text{‰}}^2\text{H}$	Zscore  Z
	CCHEN	IPEN	
IPEN-1	-21,9	-22,32	0,91
IPEN-2	-17,5	-18,02	0,20
IPEN-3	-27,1	-28,00	0,59
IPEN-4	-21,1	-21,81	0,19
IPEN-5	-29,6	-29,73	0,17
IPEN-6	-15,0	-15,08	0,06
IPEN-7	-108,8	-108,64	0,17
IPEN-8	-108,8	-109,86	1,30
IPEN-9	-38,4	-39,00	0,70
IPEN-10	-107,5	-106,95	0,60
	Zscore promedio =		0,489

Observándose que los valores hallados son satisfactorios ( $|Z| \leq 2$ ).

De la misma manera tenemos la evaluación del desempeño (Zscore) para el  $^{18}\text{O}$  en la Tabla 6, observándose que todos los valores

hallados son satisfactorios ( $|Z| \leq 2$ ), y el comportamiento tiene un buen desempeño.

**Tabla 6.** Evaluación del Desempeño del  $^2\text{H}$ .

Cód. Lab.	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$	$\delta_{\text{‰}}^{18}\text{O}$	Zscore
	CCHEN	IPEN	
IPEN-1	-2,63	-2,62	0,05
IPEN-2	-1,48	-1,53	0,37
IPEN-3	-3,89	-3,83	0,57
IPEN-4	-3,00	-3,07	0,59
IPEN-5	-4,49	-4,67	1,83
IPEN-6	-1,80	-1,71	0,60
IPEN-7	-14,48	-14,37	0,94
IPEN-8	-14,53	-14,43	0,98
IPEN-9	-5,66	-5,83	1,47
IPEN-10	-14,26	-14,33	0,59
	Zscore promedio =		0,799

Observándose que todos los valores hallados son satisfactorios ( $|Z| \leq 2$ ) y el comportamiento tiene un buen desempeño.

## 4. Conclusiones

Las muestras analizadas con el Espectrómetro Láser LGR DLT-100 del IPEN, brindan resultados satisfactorios, muy cercanos a los valores dados por el Espectrómetro de Masas FINNIGAN, cuya diferencia promedio para  $^2\text{H}$  es de 1,573% y  $^{18}\text{O}$  es de 2,12%.

Los valores Zscore promedio para el  $^2\text{H}$  y  $^{18}\text{O}$  son de 0,489 y 0,799 respectivamente, que indican valores de mediciones para  $^2\text{H}$  y  $^{18}\text{O}$  muy aproximados entre ambos laboratorios.

## 5. Referencias

- [1] International Organization for Standardization (ISO). ISO/IEC 17025:1999. General requirements for the competence of testing and calibration laboratories. 1a. ed. Genève, Suiza: ISO; 1999.
- [2] International Atomic Energy Agency. The radiotracer residence time distribution method for industrial and environmental applications. Training Course 31. Vienna: IAEA; 2008.