

LOS EJERCICIOS DE INTERCALIBRACIÓN EN EL ESTUDIO Y CONTROL DE LA CONTAMINACIÓN MARINA

González-Quijano, A.*, **González, J.J.*** y Rodríguez, J.A.**

* Centro Oceanográfico de Vigo del Instituto Español de Oceanografía. Cabo Estai. Canido. 36280 Vigo.

** Departamento de Química Analítica y Alimentaria. Facultad de Ciencias. Lagoas. Marcosende. Vigo.

En los Encuentros III y XIII Gallegos-Portugueses de Química, los mismos autores de esta comunicación, presentábamos las tituladas "PRÁCTICA ADECUADA DE LABORATORIO Y GARANTÍA DE CALIDAD Y EMPLEO DE MATERIALES DE REFERENCIA CERTIFICADOS PARA EL ESTUDIO DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS EN EL MEDIO MARINO". Continuando con el tema de la Calidad en las medidas químicas del Medio Marino nos vamos a referir a los ejercicios de intercalibración, que son uno de los tipos de estudios interlaboratorios con los que se evalúa externamente la calidad del trabajo analítico de un laboratorio. Si con los Materiales de Referencia Certificados se puede comprobar internamente que los resultados generados están bajo control y cumplen los objetivos planteados, con los ejercicios de intercalibración podremos demostrar externamente la calidad del laboratorio y la exactitud analítica que ha conseguido. La necesidad e importancia de estos ejercicios en el medio marino va en aumento, siendo ya imprescindibles para que acepten datos en organizaciones supranacionales, tales como el convenio de OSPAR.

Un ejercicio de intercalibración se basa en la aceptación, por parte de un grupo de laboratorios, de que una organización concreta planifique y coordine las tareas necesarias para evaluar la calidad de sus trabajos. Generalmente consiste en la determinación, por cada uno de los laboratorios participantes, de uno o varios elementos o compuestos objeto de análisis en un material concreto (matriz) y la comparación de las concentraciones obtenidas por cada participante con la concentración (valor) asignada (la que más se aproxima a la verdadera). Una vez establecidos la matriz y los parámetros objeto del ejercicio, algunas de las etapas a seguir son: recogida y pretratamiento de la matriz (homogeneización), envasado (zonas limpias), "test" de estabilidad, envío a los laboratorios participantes del

material e instrucciones, tratamiento estadístico de los resultados, determinación del valor asignado, comunicación y, en su caso, discusión de los resultados.

La determinación del valor asignado se lleva a cabo por uno o la combinación de los tres métodos: a) el resultado de la concentración medida por uno o varios laboratorios de referencia; b) la media robusta de los resultados obtenidos por todos los participantes, excluidos los aberrantes o anómalos, y c) el valor asignado se establece externamente. Para cada analito y laboratorio participante la medida de sus posibles desviaciones se lleva a cabo calculando las "z". Esta forma es la adoptada por ISO/IUPAC y se calcula según la ecuación : $z = (x_i - x_a)/s_b$, siendo x_i el valor remitido por cada laboratorio; x_a el valor asignado y s_b el porcentaje de error total sobre el valor asignado. El error permitido o asignado depende de los objetivos propuestos en el ejercicio en cuestión, que pueden ser más o menos exigentes. El error total tiene dos componentes: uno constante y otro proporcional, dependiendo de la complejidad del análisis y de la concentración del analito.

En el estudio y control del Medio Marino las principales instituciones que en Europa organizan ejercicios de intercalibración son la IAEA (International Atomic Energy Agency) y el QUASIMEME (Quality Assurance of Information in Marine Environmental Monitoring in Europa) que comenzó siendo un Proyecto de la DGXII de la U.E. y pasó a estar gestionada privadamente por una institución escocesa. La IAEA , sin calendario fijo, organiza ejercicios de intercalibración, no muy rigurosos, que utilizan, para obtener Materiales de Referencia Certificados. El nuevo QUASIMEME convoca intercalibraciones, generalmente dos veces al año, en agua, sedimentos y distintos tipos de biota marina, para cuantificar metales, organoclorados, hidrocarburos poliaromáticos, organoestánicos, nutrientes... El coste anual (2 ejercicios) por matriz y analito o grupo de analitos, oscila entre 470 y 750 euros.

Se indican las experiencias en 9 años de participación regular en todos los ejercicios de intercalibración convocados en Europa, relacionados con la química del medio marino, y de haber sido, en varias ocasiones, laboratorio de Referencia para determinar el valor asignado. También se presentan las conclusiones de un ejercicio de intercomparación a nivel nacional organizado y coordinado por el Instituto Español de Oceanografía, en el que participaron laboratorios de las Comunidades Autónomas costeras.