

INSTITUTO BOLIVIANO DE METROLOGÍA



INFORME DE ACTIVIDADES DE LA “ESTADÍA EN METROLOGÍA EN QUÍMICA INORGÁNICA, ENFOCADA A LA CERTIFICACIÓN DE METALES PESADOS EN AGUA SINTÉTICA NATURAL” – CENTRO NACIONAL DE METROLOGIA, MÉXICO

PERSONAL CAPACITADO:

Evelyn Vanesa Mendoza Sillerico
RESPONSABLE DE LABORATORIO DE CALIBRACIONES QUIMICAS Y
MATERIALES DE REFERENCIA

Jose Luis Gonzales Quino
TECNICO SUPERIOR DE CALIBRACIONES QUIMICAS Y
MATERIALES DE REFERENCIA

DIRECCIÓN DE METROLOGÍA
INDUSTRIAL Y CIENTÍFICA – DMIC

Año 2022

ANTECEDENTES

El IBMETRO y el Instituto PTB de Alemania han suscrito el proyecto bilateral "Fomento de la Infraestructura de la Calidad que apoya a las mediciones y ensayos en agua potable y de aguas residuales II", el desarrollo de este proyecto está previsto a realizarse en las gestiones del 2021 al 2023.

Dicho proyecto tiene como objetivo reforzar la Infraestructura Nacional de la Calidad para atender los requerimientos del sector de agua y saneamiento, por medio de la provisión de servicios, productos, conocimientos, tales como la calibración de sistemas de medición, la acreditación de laboratorios, la provisión de materiales de referencia, la organización de ensayos de aptitud, asesorías y cursos de capacitación, los mismos que contribuyen al aseguramiento de la calidad del recurso agua y de su gestión, así como al monitoreo de recursos hídricos.

Además del fortalecimiento y la ampliación de las capacidades instaladas en IBMETRO, se promoverá también la difusión de los servicios, para el desarrollo de mediciones confiables en aguas de consumo, en especial para las Entidades Prestadoras de Servicios de Saneamiento (EPSA). Con el proyecto se ampliarán las capacidades en IBMETRO para el análisis de metales pesados en agua de consumo.

Desde la concepción del proyecto, se ha asegurado el involucramiento de actores sectoriales clave como el Ministerio de Medio Ambiente y Agua (MMAyA), el Ministerio de Desarrollo Productivo y Economía Plural (MDPyEP), la Autoridad de Fiscalización y Control Social del Agua (AAPS) y la Asociación Nacional de Empresas de Servicio de Agua Potable y Alcantarillado (ANESAPA).

Los resultados esperados del proyecto son:

- Mejorar la confiabilidad de los resultados de los análisis de calidad y de medición de consumo de agua potable.
- Personal capacitado en la magnitud de fracción en masa de metales pesados en agua de consumo del IBMETRO, para fortalecer la trazabilidad en los servicios de medición de concentración en masa de metales pesados de los laboratorios de las distintas EPSA de todo el territorio boliviano.
- Producción de Material de Referencia Certificado de metales pesados en agua de consumo como referencia a las mediciones de los laboratorios de las distintas EPSA de todo el territorio boliviano.

En este contexto se hace necesario desarrollar una capacitación técnica al Laboratorio de Química para otorgar el soporte de trazabilidad metrológica y para la producción de material de referencia necesarios en las mediciones de fracción en masa de metales pesados en agua potable.

La consolidación de conocimientos adquiridos sobre preparación de Material de Referencia, medición de concentración de metales pesados, equipos empleados, cálculos de incertidumbres asociadas, infraestructura necesaria y aseguramiento de calidad de resultados, permitirá fortalecer la competencia técnica del Laboratorio de Química del Instituto Boliviano de Metrología (IBMETRO).

En este marco el Instituto PTB en coordinación con el IBMETRO ha visto por conveniente invitar a mi persona a realizar una Estadía de Capacitación en el CENAM ya que este Instituto posee amplia experiencia y la infraestructura necesaria para la certificación de Materiales de Referencia de metales pesados en agua de consumo. Se adjunta la invitación a la Estancia por parte del PTB.

1. ACTIVIDADES REALIZADAS

Las actividades realizadas en la **Estadía en metrología en química inorgánica, enfocada a la certificación de metales pesados en agua sintética natural**, en el **Centro Nacional de Metrología (CENAM)** en México, fueron llevadas a cabo en fechas 2022-03-22 al 2022-03-31. Las mismas se detallan a continuación:

Lunes 2022-03-21

Se partió del Aeropuerto Internacional de El Alto a horas 5h23 arribando al Aeropuerto Jorge Chávez de la ciudad de Lima en Perú, seguidamente se partió del Aeropuerto Jorge Chávez a horas 08h55 hora local, arribando al Aeropuerto El Dorado de la ciudad de Bogotá en Colombia. Del Aeropuerto El Dorado se partió a horas 18h09 hora local arribando al Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México a horas 21h53. De la Terminal de Autobuses del Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México se partió a horas 23h30 arribando a la Terminal de Autobuses de la ciudad de Querétaro a horas 02h30 del 2022-03-22. El hospedaje fue en el Hotel Mirage ubicado en la Av. Pasteur Sur No. 277, Col. Mercurio, 76040 Querétaro, Querétaro, México.

Martes 2022-03-22

El día martes el CENAM nos brindó una bienvenida, se explicó el temario detallado que iba a contener la capacitación la cual se muestra a continuación:

Estadía en metrología en química inorgánica, enfocada a la certificación de metales pesados en agua sintética natural.

CENAM, 22- 31 marzo del 2022



Fecha	Horario	Descripción de actividad	Personal CENAM
Martes 22 marzo	9h30-9h50	Bienvenida a personal de IBMETRO	María del Rocío Arvizu Torres / Itzel Santiago Castellanos / Pedro Ramírez Cruz
	9h50 -11h30	Medidas de seguridad en CENAM / Visita a laboratorios / Temario	Itzel Santiago Castellanos / Pedro Ramírez Cruz
	11h30 – 11h45	Receso	Itzel Santiago Castellanos / Pedro Ramírez Cruz
	11h45 – 12h50	1. Dinámica de laboratorios / 2. Introducción - Certificación de materiales de referencia / métodos de calibración y técnicas analíticas de medición de cantidad de sustancia	María del Rocío Arvizu Torres / Pedro Ramírez Cruz
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 –17h00	2. Introducción - Certificación de materiales de referencia / métodos de calibración y técnicas analíticas de medición de cantidad de sustancia	María del Rocío Arvizu Torres
Miércoles 23 de marzo	9h00 – 11h15	3. Preparación de disolución (Cu y Fe) 4. EAA-F / 5. Linealidad / 6. Practica CEIMA	Pedro Ramírez Cruz
	11h15 – 11h30	Receso	
	11h30 - 12h50	Optimización de los parámetros de medición en el EAA-F	Pedro Ramírez Cruz
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	Calificación de desempeño del EAAF	Pedro Ramírez Cruz
Jueves 24 de marzo	9h00 – 11h15	Medición de Cu por EAAF	Pedro Ramírez Cruz
	11h15 – 11h30	Receso	
	11h30 - 12h50	Medición de Fe por EAA	Pedro Ramírez Cruz
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	7. Homogeneidad del lote	María del Rocío Arvizu Torres / Pedro Ramírez Cruz
Viernes 25 de marzo	9h00– 11h15	Cálculos de la medición de Cu y Fe por EAAF	Pedro Ramírez Cruz
	11h15 – 11h30	Receso	
	11h30 - 12h50	Cálculos de la medición de Cu y Fe por EAAF	Pedro Ramírez Cruz
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	Sesión de dudas	Pedro Ramírez Cruz / María del Rocío Arvizu Torres

Estadía en metrología en química inorgánica, enfocada a la certificación de metales pesados en agua sintética natural.

CENAM, 22- 31 marzo del 2022



Fecha	Horario	Descripción de actividad	Personal CENAM
Lunes 28 de marzo	9h00– 11h00	8. Estabilidad del MRC	María del Rocío Arvizu Torres / Pedro Ramírez Cruz
	11h00 – 11h15	Receso	
	11h15 - 12h50	9. EAA-AT / Preparación de disolución multielemental: (Pb y Cd)	Itzel Santiago Castellanos
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	Preparación de disolución multielemental: (Pb y Cd)	Itzel Santiago Castellanos
Martes 29 de marzo	9h00– 11h15	Optimización en el EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	11h15 – 11h30	Receso	
	11h30 - 12h50	Calificación de desempeño Cd por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	Calificación de desempeño Pb por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
Miércoles 30 de marzo	9h00– 11h15	Medición de Cd por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	11h15 – 11h30	Receso	
	11h30 - 12h50	Medición de Cd por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	12h50 – 13h50	Lunch	
	14h00 - 17h00	Medición de Pb por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	15h00 – 17h00	10. Asignación del valor	María del Rocío Arvizu Torres / Pedro Ramírez Cruz
Jueves 31 de marzo	9h00– 11h15	Cálculos de la medición de Cd y Pb por EAA-AT	Itzel Santiago Castellanos
	11h15 – 11h30	Receso	
	1400– 15h00	Sesión de dudas	Itzel Santiago Castellanos / María del Rocío Arvizu Torres
	15h00– 17h00	Reunión de cierre a personal de IBMETRO	María del Rocío Arvizu Torres / Itzel Santiago Castellanos / Pedro Ramírez Cruz

Temario de la Estadía en metrología en química inorgánica, enfocada a la certificación de metales pesados en agua sintética natural.

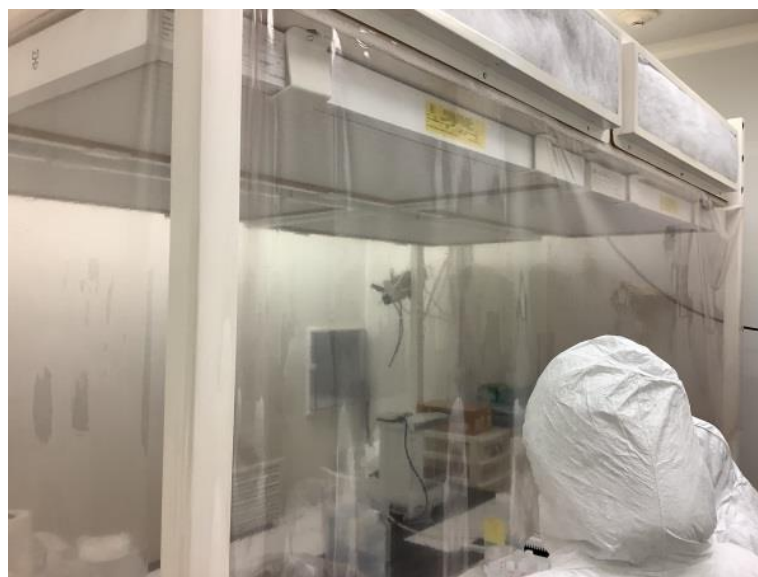
Siguiendo la programación de las actividades, acompañados de la instructora Maestro en Ciencias. Itzel Santiago Castellanos se procedió a la visita a los diferentes laboratorios dependientes del Grupo de Espectrometría de Masas, el cual brindó la capacitación, se muestran algunas fotos de los laboratorios y equipamiento de los mismos a continuación:



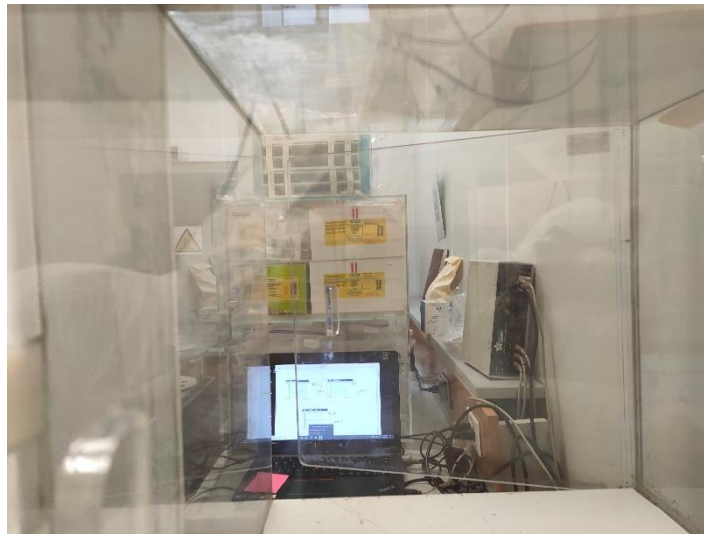
Medidor de densidad



Área de preparación de muestras en atmosfera inerte



Cuarto limpio para preparación de muestras



Exclusa de introducción de material de laboratorio al cuarto limpio.

Luego de la visita a los laboratorios y un corto receso, la instructora Maestro en Ciencias Maria del Rocío Arvizu Torres brindó una charla acerca de la dinámica de trabajo en los laboratorios del Grupo de Espectrometría de Masas durante la capacitación. Se detallaron las actividades a llevarse a cabo en los laboratorios durante la estancia los cuales fueron:

- Preparación de Material de Referencia de Cobre (Cu) y Hierro (Fe).
- Elaboración simultanea de la curva de calibración de Cobre (Cu) y Hierro (Fe) mediante el método de pesada por diferencia para la técnica de flama - absorción atómica.
- Optimización del instrumento de medición y calificación del desempeño del instrumento para medición por técnica de flama – absorción atómica.
- Medición de la muestra mediante el método de adición de Material de Referencia en la técnica de flama - absorción atómica.
- Preparación de Material de Referencia de Plomo (Pb) y Cadmio (Cd).
- Elaboración simultanea de la curva de calibración de Plomo (Pb) y Cadmio (Cd) mediante el método de pesada por diferencia para la técnica de horno de grafito - Absorción atómica.
- Optimización del instrumento de medición y calificación del desempeño del instrumento para medición por técnica de horno de grafito – absorción atómica.
- Medición de la muestra mediante el método de adición de Material de Referencia en la técnica de horno de grafito - absorción atómica.

Luego se procedió a una introducción acerca de la certificación de materiales de referencia, métodos de calibración y técnicas analíticas de cantidad de sustancia.

Los métodos de calibración mencionados en la charla fueron:

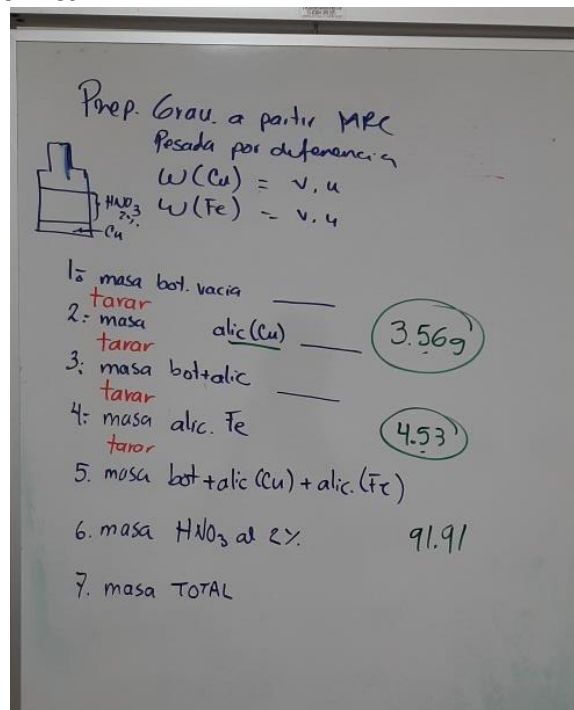
- Calibración externa

- Calibración con adición de MRC
- Calibración con MRC interno
- Calibración con MRC interno y adición de MRC
- Dilución isotópica

Miércoles 2022-03-23

El miércoles 23 de marzo el instructor Químico en Alimentos Pedro Ramirez Cruz brindó una charla acerca de la teoría de la técnica de Espectrofotometría de absorción atómica con atomización Flama (EAA-F), presentándose los detalles de lo que correspondía la técnica, parte instrumental de la técnica de medición y luego se procedió al trabajo en laboratorio, se realizaron las siguientes actividades:

- Preparación de la disolución de Cobre (Cu) y Hierro (Fe).
- Calificación del espectrofotómetro de absorción atómica.
- Optimización de parámetros de medición en el espectrofotómetro de absorción atómica.



Procedimiento de preparación de disolución bi elemental de Cobre (Cu) y Hierro (Fe) mediante pesada por diferencia.



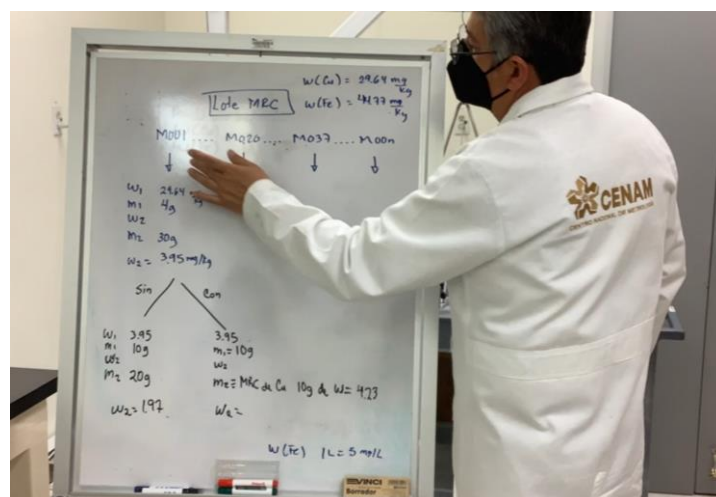
Preparación de disolución bi elemental de Cobre (Cu) y Hierro (Fe) mediante pesada por diferencia.

Jueves 2022-03-24

El jueves 24 de marzo el instructor Químico en Alimentos Pedro Ramirez Cruz brindó una charla acerca de la linealidad dentro de la técnica de Espectrofotometría de llama, para lo cual se detalló mediante un ejemplo utilizando un material de referencia preparado en base de Cobre (Cu) las consideraciones se detallan en los temas a continuación:

- Importancia de la linealidad en calibraciones químicas
- Intervalo lineal de las concentraciones del analito de interés
- Gráficos de residuos
- Intervalo de trabajo en el cual el método proporciona resultados con incertidumbre aceptable

En horas de la tarde se continuó con la parte práctica en Laboratorio para la medición de Cobre (Cu). Se usaron los métodos de adición de MRC y el método de interpolación de dos puntos (bracketing).



El instructor Pedro Ramirez explicando la preparación de muestras mediante la técnica de adición de MRC.

Viernes 2022-03-25

El viernes 25 de marzo se procedió a realizar los cálculos de las mediciones de Cobre (Cu) y Hierro (Fe) por Espectrofotometría de Absorción Atómica – técnica de flama con los valores de la pesada por diferencia realizados en las preparaciones del Material de Referencia correspondiente.

En horas de la tarde se continuó con la parte del Laboratorio realizando las mediciones de las diluciones preparadas para el método de adición de material de referencia y el método de Interpolación de dos puntos (bracketing), las mismas se midieron con el método de espectrofotometría de Absorción Atómica por flama.



El instructor Pedro Ramirez realizando la medición de Cu y Fe en el espectrofotómetro de absorción atómica – técnica de flama.

Lunes 2022-03-28

El lunes 28 de marzo la instructora Maestro en Ciencias María del Rocío Arvizu Torres brindó una charla acerca del estudio de homogeneidad en la preparación de Material de Referencia de metales en agua, detallándose acápite de la norma ISO/GUIDE 35 -2017 en el capítulo 7 y se explicó lo siguiente:

- Criterios en el muestreo
- Selección de muestras
- Elección de procedimientos de medición
- El diseño del estudio de homogeneidad
- Estadístico para la evaluación de la homogeneidad

- Inspección inicial de tendencias de medición y valores atípicos
- Evaluación de incertidumbre a partir de estudios de homogeneidad
- Ejemplo de cálculo de homogeneidad

Posteriormente el instructor Químico en Alimentos Pedro Ramírez Cruz, brindo una introducción a estudio de estabilidad para material de referencia.

Seguidamente la instructora Maestro en Ciencias Itzel Santiago Castellanos brindó una introducción a la espectrometría de absorción atómica con atomización electro térmico (Horno de grafito)



La instructora Itzel Santiago brindando una introducción a la medición de Material de Referencia mediante atomización electro térmica.

En horas de la tarde se realizó la preparación de las disoluciones multielementales de plomo (Pb) y Cadmio (Cd) con los cuidados e indumentaria necesaria en el llamado "cuarto limpio".



Preparación de muestras y curva de calibración de Pb y Cd mediante pesada por diferencia en el cuarto limpio. Nótese el uso de indumentaria especial para evitar el riesgo de contaminación en las muestras y soluciones calibrantes.

Martes 2022-03-29

El martes 29 de marzo, previa coordinación y con la autorización respectiva, se realizó una visita al Laboratorio de Conductividad Electrolítica, donde el personal a cargo el Dr. Leonel Lira Cortes, realizó una pequeña inducción de los equipos, metodología y la nueva implementación de la celda primaria en conductividad.

Después de la visita se continuó con la parte práctica en laboratorio realizando la optimización en la espectrofotometría de absorción atómica con atomización térmica, realizándose la calificación de desempeño para Cadmio (Cd) y Plomo (Pb)

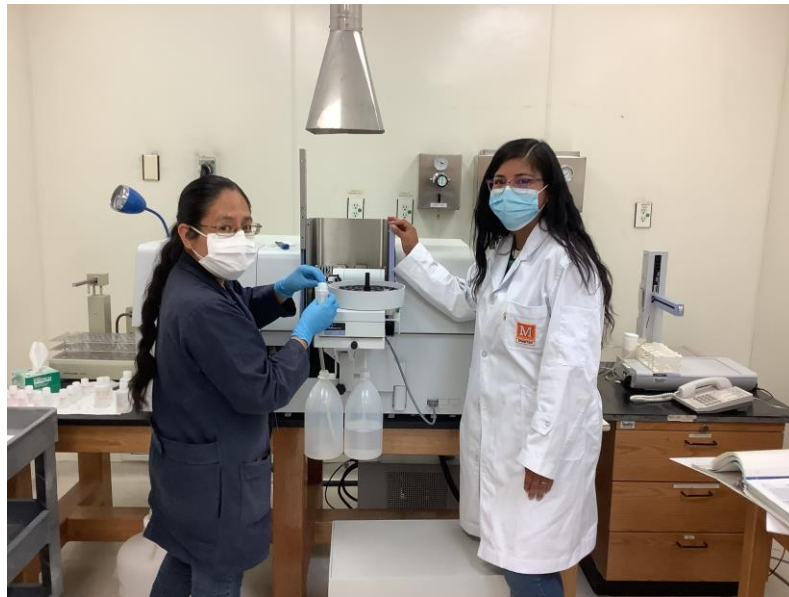


La instructora Itzel Santiago realizando la medición de Pb y Cd en el espectrofotómetro de Absorción Atómica – técnica de atomización electro térmica.

Al finalizar la tarde, se realizó una pequeña visita al laboratorio de pH, donde el encargado del área el Dr. José Luis Ortiz Aparicio realizó una pequeña inducción del Método primario en mediciones pH utilizado para la preparación de material de referencia en pH.

Miércoles 2022-03-30

El miércoles 30 de marzo continuamos con las labores en el laboratorio donde se realizaron las mediciones de las disoluciones preparadas de Cadmio (Cd) y Plomo (Pb) mediante espectrofotometría de absorción atómica con atomización electrotérmica.



La instructora Itzel Santiago junto a personal del IBMETRO realizando las mediciones de Pb y Cd en el espectrofotómetro de Absorción Atómica – técnica de atomización electrotérmica.

Jueves 2022-03-31

El jueves 31 de marzo la instructora Maestra en Ciencias. María del Rocío Arvizu Torres brindó una charla sobre el proceso de certificación de un material de referencia y combinación de resultados de métodos de medición y asignación del valor e incertidumbre. Donde se detallaron aspectos importantes de la norma ISO 17034:2016.

Posteriormente se realizó la visita al Dr. Víctor Lizardi, Director General del Centro Nacional de Metrología CENAM, y con su autorización respectiva se realizó la pequeña visita al Laboratorio de Óptica y Radiometría, donde el personal a cargo la Dr. Tatiana Atenea Ortega nos brindó una breve

diseminación de los patrones utilizados para la calibración de espectrofotómetros.

Continuando la exposición, se detallaron las pruebas de optimización de digestión de muestras para minerales.

Finalmente se realizó el cierre de la capacitación con palabras de agradecimiento de personal de IBMETRO.



Reunión de cierre de la Estadía en metrología en química inorgánica, enfocada a la certificación de metales pesados en agua sintética natural



Foto de los instructores del CENAM junto a personal de IBMETRO que participó en la capacitación.

Viernes 2022-04-01

Se partió de la Terminal de Autobuses de la ciudad de Querétaro a horas 16h30 arribando a la Terminal de Autobuses del Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México a horas 21h00. Se partió del Aeropuerto Internacional de la Ciudad de México a horas 22h26 arribando al Aeropuerto El Dorado de la ciudad de Bogotá en Colombia a horas 04h08 hora local del 2022-04-02. Del Aeropuerto El Dorado se partió a horas 13h41 arribando al Aeropuerto Jorge Chávez de la ciudad de Lima en Perú. Del Aeropuerto Jorge Chávez se partió a horas 00h45 del 2022-04-03 arribando al Aeropuerto Internacional de El Alto a horas 03h46.

2. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

La capacitación recibida de parte de los instructores del Centro Nacional de Metrología de México ha sido muy provechosa, toda la metodología aprendida tanto en preparación de las disoluciones, metodología de caracterización (Método de Adición de MR e Interpolación entre dos puntos - bracketing), como también los detalles para los estudios de Homogeneidad y Estabilidad (Método de pérdidas por transpiración) serán aplicados para las actividades del Laboratorio de Química Inorgánica como en la mejora de los procedimientos internos de la Unidad de Metrología Química.

Con los conocimientos adquiridos en la capacitación realizada en el Centro Nacional de Metrología de México, se prevé la realización de nuevos servicios por parte del Laboratorio de Química Inorgánica, los cuales se detallan a continuación:

- Preparación de material de referencia certificado multielemental de metales en matriz agua de consumo y sintética.
- Ensayos de aptitud en con la preparación de material de referencia multielemental de metales en agua.
- La realización de nuevos servicios de ensayos químicos para la medición de metales pesados en muestras de aguas y en matrices naturales y otros, según requerimiento de las empresas públicas.
- Difusión de los conocimientos adquiridos mediante Capacitaciones de las metodologías de Espectrofotometría de Absorción Atómica en Flama y espectrofotometría de absorción atómica con atomización electrotérmica (Horno de grafito) para metales en agua, a las Entidades Prestadoras de Servicios de Saneamiento (EPSA) y laboratorios de análisis de agua del territorio Boliviano.
- Las metodologías aprendidas en espectrofotometría de absorción atómica en Flama y espectrofotometría de absorción atómica con atomización electrotérmica (Horno de grafito) servirán también para ampliar servicios de preparación de material de referencia certificado en otras matrices como ser: Minerales y Alimentos. Aplicándose también a la

determinación de elementos como: Calcio (Ca), Potasio (K), Manganeso (Mn) y otros.

Asimismo, con la visita realizada en el Centro Nacional de Metrología de México, se elaboraran propuestas para adecuar los ambientes del Laboratorio de Química Inorgánica del IBMETRO para realizar mejoras en la infraestructura, destinándose espacios con los controles metrológicos en la preparación de la disoluciones que son fundamentales para la preparación de Material de Referencia Certificado.

Durante la estancia realizada durante 2 semanas en el CENAM fue posible visitar los Laboratorios de Conductividad, Laboratorio de pH y Laboratorio de Óptica. Toda la información recabada en estas visitas es de mucha importancia para la mejora de los servicios presentados, tanto como mejoras en las instalaciones, adquisición de equipos y reactivos.

Adicionalmente, se adquirió mayor información para participar en la comparación "SIM.QM-S13 Supplementary Comparison on elements in copper concentrate and ore", organizada por el Laboratorio de Espectrometría de Masas del CENAM, la instructora Maestro en Ciencias María del Rocío Arvizu Torres intercambio más detalles para el proceso de optimización de digestión de las muestras, de esta manera se espera asegurar buenos resultados por parte del Laboratorio de Química Inorgánica del IBMETRO en esta comparación.

Finalmente, agradecemos el apoyo brindado por parte del gobierno de la República Federal de Alemania a través del Physikalisch-Technische Bundesanstalt (PTB) hacia el Instituto Boliviano de Metrología en el marco del proyecto bilateral "Fomento de la Infraestructura de la Calidad que apoya a las mediciones y ensayos en agua potable y de aguas residuales II", esperamos seguir trabajando juntos para conseguir resultados positivos en los objetivos propuestos en el proyecto.

