

4.1.7.3 Exactitud

La exactitud es un parámetro que mide el grado de concordancia entre el valor obtenido y el valor real de una determinada muestra. La exactitud se puede expresar como el porcentaje de recuperación de las cantidades adicionadas de analito a una muestra (Método patrón añadido).

El estudio de la exactitud, se ha realizado con dos sedimentos certificados por la Comunidad Europea CE-141 y CE-142, cuyas características corresponden a un suelo calcáreo y otro suelo silíceo respectivamente. Estos sedimentos se han digerido por duplicado y analizado por triplicado (n=6). Una vez que se tienen los extractos digeridos se añaden concentraciones crecientes de cada elemento (**tabla 4.2**), las cuales se han escogido en función de las concentraciones de cada elemento en el sedimento de partida. A continuación se analiza y se calcula el porcentaje de recuperación.

La recuperación global del método para cada elemento se calcula a partir de la media de las recuperaciones individuales con la ecuación propuesto por Horwitz (1983):

$$\%R = \frac{Y - X_i}{X_a} * 100 \quad (4.5)$$

Donde:

Y = Concentración de la muestra más el patrón añadido.

X_i = Concentración inicial de la muestra.

X_a = Concentración del patrón añadido.

Los resultados obtenidos en el estudio de la exactitud pueden observarse en la **tabla 4.2** y gráficamente en la **figura 27**. Estos valores son la concentración media de las tres concentraciones añadidas. Como se puede apreciar, todas las recuperaciones oscilan en torno al 100%, lo que significa que el método analítico empleado es aceptable.

Tabla 4.2: Concentración de patrones de las tres adiciones de cada elemento (µg/l)

| Elementos | C. Inicial CE-141 | C. Inicial CE-142 | Adición I | Adición II | Adición III | C. Anal. CE-141 | C. Anal. CE-142 | %R _{n=18} CE-141 | %R _{n=18} CE-142 |
|-----------|----------------------|----------------------|--------------|---------------|----------------|--------------------|--------------------|------------------------------|------------------------------|
| Antimonio | 0.36 | 1.42 | 2.0 | 3.0 | 5.0 | 5.34 | 6.37 | 100.7 | 100.8 |
| Arsénico | 26.28 | 16.50 | 5.0 | 10.0 | 15.0 | 41.20 | 31.78 | 99.9 | 101.8 |
| Cadmio | 0.36 | 0.27 | 0.5 | 1.0 | 1.5 | 1.88 | 1.77 | 101.3 | 100.8 |

| | | | | | | | | | |
|----------|-------|-------|------|------|-------|--------|--------|-------|-------|
| Cobre | 30.52 | 25.74 | 10.0 | 20.0 | 30.0 | 60.60 | 56.40 | 99.5 | 101.5 |
| Cromo | 74.19 | 70.62 | 10.0 | 30.0 | 50.0 | 125.24 | 121.91 | 100.4 | 101.6 |
| Mercurio | 0.06 | 0.09 | 0.2 | 0.5 | 1.0 | 1.10 | 1.11 | 103.0 | 103.4 |
| Níquel | 71.81 | 57.76 | 10.0 | 20.0 | 30.0 | 101.18 | 87.91 | 99.3 | 100.9 |
| Plomo | 27.32 | 35.05 | 10.0 | 20.0 | 30.0 | 57.80 | 65.31 | 101.2 | 101.4 |
| Zinc | 78.11 | 88.61 | 20.0 | 50.0 | 100.0 | 179.24 | 195.35 | 101.0 | 101.0 |

C. Inicial = concentración inicial; C. Anal. = concentración analítica

En el caso del mercurio las recuperaciones se presentan en torno del 103%, esto probablemente es atribuido a que este elemento tiene bastante efecto memoria, ya que tiende a acumularse en las paredes del nebulizador. En consecuencia puede contaminar a las últimas muestras a pesar de considerarse tiempos de lavado entre muestras largos, superiores a los cinco minutos.

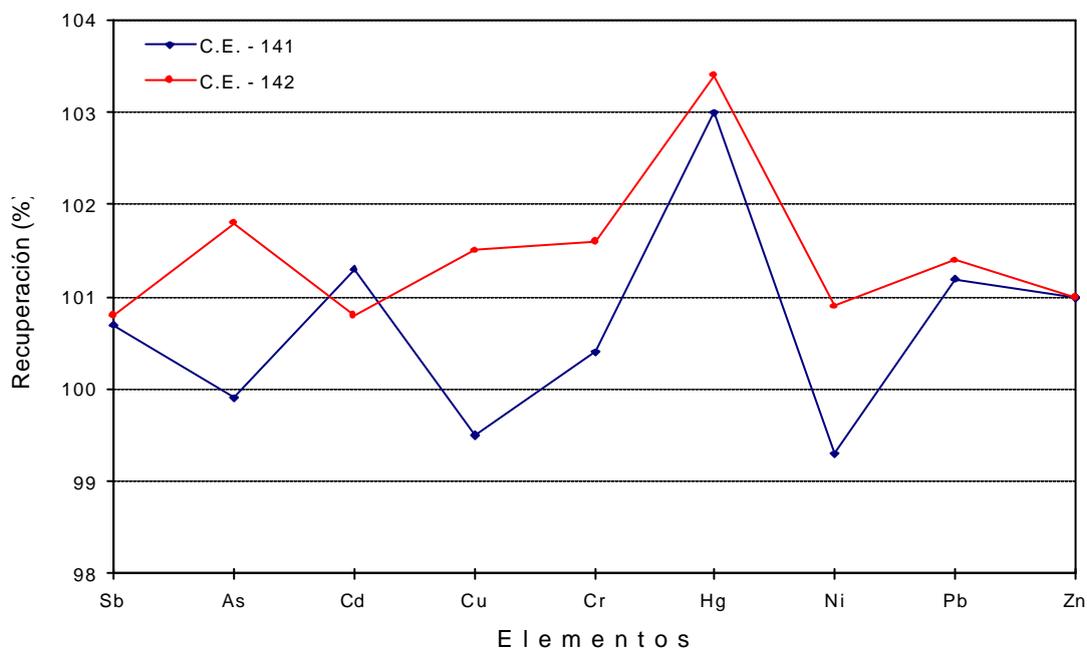


Figura 27: Estudio de la exactitud en dos sedimentos certificados por la Comunidad Europea