



PRUEBA EN LAS INVESTIGACIONES CRIMINALES. MUESTREO Y ANÁLISIS*¹

Dianne SAXE

Casi todos los procedimientos penales ambientales en Canadá incluyen la toma de muestras de agua, aire, suelo, etcétera, y con frecuencia se cuestiona la validez del análisis de dichas muestras. A la mayor parte de los abogados y jueces canadienses les disgustaba la ciencia al cursar sus estudios medios y es para ellos una dificultad decidir sobre la credibilidad de los análisis de muestras que se les presentan en tribunales. Siempre que se presentan evidencias científicas en un tribunal cabe esperar toda clase de problemas en todos los niveles; la obtención de muestras y su análisis nunca son tan sencillos como parece. La mejor manera de sortear estas dificultades es contar con reglas claras respecto de lo que constituye una muestra válida. Son tres los pasos que se han de considerar: la obtención o levantamiento de las muestras, el análisis de éstas y la presentación del informe respectivo.

I. LEVANTAMIENTO DE LAS MUESTRAS

La mayoría de las dificultades ocurre durante el levantamiento de las muestras. La primera cuestión que suele plantearse es cuántas muestras deben tomarse. La cantidad mínima necesaria para obtener un resultado estadísticamente válido es de 12 a 15. Algunas leyes permiten iniciar un proceso con base en una sola muestra (por ejemplo, algunos reglamentos canadienses establecen que una prueba de incumplimiento es suficiente).

* 2008.

¹ La presentación en PowerPoint de este documento se encuentra en: http://cec.org/files/PDF/ECONOMY/2bSaxe_es.ppt.

Sin embargo, en términos generales no hay reglas estatutarias respecto del número de muestras requerido.

Otro problema muy común es determinar el sitio del cual tomar la muestra. En Indonesia, por ejemplo, hace algunos años se emprendieron esfuerzos para aplicar realmente la legislación ambiental; se invirtió una gran cantidad de tiempo y empeños para presentar cargos contra una empresa china por la severa contaminación del agua. La compañía puede haber sido culpable de contaminar, pero en el lugar había muchas otras fuentes de contaminación. El gobierno tomó una muestra en el sitio de la empresa y otra río abajo, pero no se levantó ninguna muestra río arriba. Luego de cinco años de esfuerzos y una enorme cantidad de prestigio en juego, el gobierno terminó por perder el caso.

Un ejemplo más es el de una persona a la que se acusó de haber permitido el derrame, de un tanque con una fuga, de ácido sulfúrico residual en un estanque de contención. El individuo sumergía el papel tornasol (pH) cada mañana en la superficie del estanque y si el papel no cambiaba de color daba por hecho que el agua estaba en buenas condiciones y la bombeaba hacia el arroyo. Sin embargo, al ser más pesado que el agua, el ácido sulfúrico se encontraba en el fondo del estanque, mientras que la muestra se tomaba, como se dijo, en la superficie.

Hay también un gran número de casos relacionados con solventes clorados, como el tricloroetileno (TCE) y el percloroetileno (PCE), debido a que se usaron con amplitud desde la década de 1940 hasta la de los ochenta. Estos solventes, en concentraciones muy bajas, contaminaron grandes cantidades de agua durante periodos prolongados. Como estas sustancias son más pesadas que el agua, el mayor grado de contaminación se encuentra en los mantos freáticos, cuyo fondo es muchas veces difícil de identificar. Ello depende de la hidrogeología, que puede ser simple, como por ejemplo en el caso de una capa de arena y posteriormente una de granito sin fisuras, pero por lo general es más compleja.

Otra cuestión es determinar cuáles son las herramientas adecuadas para tomar la muestra. Algunos consultores ambientales de Canadá, cuyo trabajo incluye levantar muestras, montan cada par de años un espectáculo en el que presentan sus lujosos y complejos equipos de perforación. Cada tipo de muestra requiere una herramienta distinta. Por ejemplo, si se trata de un problema de contaminación por petróleo y la muestra se

toma con una barrena helicoidal sólida, aquélla es inválida; asimismo, para determinada clase de muestras se debe usar una pala y no una llana.

Nunca será excesivo destacar la importancia de emplear contenedores adecuados para las muestras. Por ejemplo, en algunos casos deben usarse envases de vidrio opaco; en otros, bolsas de plástico. Una muestra de benceno, que es volátil, se escapará si se guarda en una bolsa de plástico. Si la muestra es líquida o volátil el contenedor debe llenarse hasta el tope para que la muestra sea válida.

Está también el asunto de la cantidad de muestra requerida. Determinada cantidad podría ser útil para demostrar ciertas infracciones, pero no ser suficiente para otras.

Otro problema es la contaminación cruzada de las muestras. En el sitio de una empresa que tenía derecho a rociar plaguicida a lo largo de las vías del tren, pero no en el río, se tomó en una botella una muestra del agua del río. En pleno juicio me enteré de que en lugar de usar una botella específica para muestras, el experto había recogido un envase de jugo de naranja vacío de un lugar en que la fumigación era legal y lo había usado para guardar el agua del río.

El uso de un tipo de guantes inadecuado también puede contaminar la muestra. De igual modo, el empleo de contenedores de plástico en lugar de metálicos para tomar muestras de sustancias organocloradas de un pozo invalida la muestra.

En el caso de algunos sólidos heterogéneos la toma de muestras es difícil. Imaginemos, por ejemplo, una pila de computadoras de desecho en que se supone se están deslavando sustancias químicas tóxicas. De los diversos materiales y piezas de la pila, ¿cómo se determina lo que es una muestra representativa? Existen reglas especiales en este caso.

II. SELECCIÓN DE MUESTRAS PARA ANÁLISIS

La mayor parte de las veces se toman más muestras de las que se quiere analizar, ya que el levantamiento es mucho más barato que el análisis mismo. Si alguien que quiere medir la contaminación del suelo emplea una barrena helicoidal para sacar una larga tira de barro y corta la tira en diez partes, ¿cuál de éstas debe analizarse? Un método empleado para tomar la decisión es el conocido como evidencia de campo: el personal emplea máquinas rastreadoras (*sniffers*), pequeños aparatos que se iluminan

si están presentes ciertos tipos de compuestos orgánicos volátiles; estos dispositivos pueden calibrarse para diversas sustancias. Con objeto de seleccionar la peor muestra, el responsable del análisis debe llevar registros cuidadosos de lo que el aparato señala para cada una de las muestras.

III. CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

Otra inquietud es la conservación de la muestra. La preservación de un material puede no significar lo mismo para un abogado que para un ingeniero. Cuando este último piensa en conservar un metal, por ejemplo, se refiere a agregarle ácido. En un caso que ha durado ya quince años en Ontario, con un costo de millones de dólares (*Inco*), un estanque de tratamiento que contenía níquel se derramó en una zona en la que la empresa obtenía dicho metal (es decir el níquel estaba ya presente en la roca). Resultaba por tanto muy importante determinar si el níquel encontrado en el agua era de las rocas o del estanque de tratamiento (no es ilegal tener níquel sólido en un estanque). Sin embargo, a las muestras se les había agregado ácido, el cual disolvió el níquel.

Los requerimientos para una conservación apropiada varían según la muestra de que se trate. Algunas, por ejemplo, tal vez se tengan que refrigerar o mantener en la oscuridad o transportarse de determinada manera. La cadena de custodia es un elemento esencial. Algunos de los requisitos resultan particularmente difíciles en los países en desarrollo, donde, por ejemplo, tal vez no en todos lados se cuente con instalaciones de refrigeración.

IV. ANÁLISIS DE LA MUESTRA

Una de las principales preocupaciones respecto del análisis es la verificación de que el laboratorio cuenta con la calificación necesaria. La Organización Internacional de Normalización (ISO) ha creado normas de calidad voluntarias para los laboratorios, la ISO 17025; suele haber también reglas locales.

Asimismo, el analista del laboratorio debe contar con las calificaciones necesarias para efectuar las pruebas. Si, por ejemplo, en un laboratorio trabajan cien personas, pero sólo seis están calificadas para efectuar las pruebas del caso, una de éstas deberá hacerse cargo.

Por desgracia, son numerosos los aspectos que pueden salir mal con una muestra en el laboratorio: falta de refrigeración, retraso (muchas muestras tienen un tiempo ideal para realizar el análisis que puede rebasarse en caso de una larga espera), un método de análisis incorrecto, etcétera. En un caso (*Fletcher v. Kingston*) se hicieron pruebas de agua de un río para determinar si estaba contaminada con estiércol. Éste contiene amoníaco, cuya forma no ionizada es letal para los peces. Ahora bien, la proporción de amoníaco ionizado (menos tóxico) y amoníaco no ionizado puede cambiar en cualquier momento, fenómeno que se ve muy afectado por la temperatura y el pH. En este caso, la muestra se tomó a nueve grados Celsius en un río canadiense con frío estable. El personal del laboratorio consultó la metodología analítica normal, la cual señalaba dos acciones. Primero que nada, agitar la muestra de modo vigoroso: por desgracia, esto cambió el pH y aumentó la proporción total de amoníaco no ionizado, lo que hizo la muestra más tóxica; segundo, calentar la mezcla a quince grados Celsius, lo que también incrementó la proporción de amoníaco no ionizado e hizo la muestra más tóxica. Se empleó la metodología errónea y con ello se arruinó la muestra.

V. ASEGURAMIENTO Y CONTROL DE CALIDAD

El informe analítico de toda muestra también debe especificar de qué manera se ha controlado la calidad, lo que incluye el llenado de aspectos de campo y de viaje, la obtención de duplicados, calibración, muestras adicionadas, etcétera.

Si se quiere tomar una muestra de agua en cualquier ubicación, se debe primero tomar una botella vacía, abrirla, sostenerla fuera en el aire durante un par de minutos y luego sellarla. El contenido se analiza para determinar lo que está presente en el entorno, en un segundo plano.

VI. PRESENTACIÓN DEL INFORME E INTERPRETACIÓN DE LOS RESULTADOS

La mayoría de los países tiene reglas respecto de lo que debe contener un certificado de análisis.

En cuanto a la interpretación de los resultados, uno de los posibles problemas es la falsa precisión. Todo método de análisis cuenta con lo

que se denomina límite de detección del método (*method detection limit*, MDL), escrito en tipografía muy pequeña en los certificados de análisis. El MDL indica que todo método es preciso sólo hasta cierto límite de detección. Por ejemplo, si el MDL es 5 y el certificado de análisis de la muestra indica 6, se está fuera del rango de exactitud para la prueba, por lo que no se puede confiar en su resultado.

Deben identificarse también los puntos de comparación. Una vez conocido el resultado, ¿frente a qué se le debe comparar? ¿Qué tanto es demasiado? Son muchos los factores que pueden influir en la determinación de los puntos de comparación adecuados, según los usos del suelo, el tipo de curso de agua, etcétera.

Por último, el levantamiento y el análisis de muestras tienen que cumplir con reglas claras, capacitación exhaustiva y atención meticulosa de los detalles.

EVIDENCE IN PROSECUTIONS. SAMPLING AND ANALYSIS*¹

Dianne SAXE

Almost all environmental cases in Canada involve sampling of water, air, land, etcetera, and we often dispute the validity of the sample analysis. Most lawyers and judges in Canada didn't like science in high school, and have a very difficult time figuring out whether to believe the sample analysis that is presented in court. When it comes to presenting scientific evidence to a court, one can expect all kind of problems at many levels, and sampling and analysis is never as simple as it seems. The most effective way to avoid problems is by having clear rules for what counts as a valid sample. There are three steps to consider: sampling, analysis and reporting.

I. SAMPLING

Most of the problems occur with sampling. The first question to address is how many samples should be taken. The minimum number of samples for a statistically valid result is twelve to fifteen. Some laws will allow a prosecution on the basis of a single sample (such as several Canadian by-laws, which state that a single sample is sufficient evidence of non compliance). Generally, however, there is no statutory rule to know how many samples are needed.

Determining the correct location from which to take the sample is another very common problem. Indonesia, for example, made an effort a number of years ago to actually begin environmental enforcement. They

* 2008.

¹ The PowerPoint document for this presentation is available at: http://cec.org/files/PDF/ECONOMY/2bSaxe_es.ppt.

put a tremendous amount of time and effort into prosecuting a Chinese firm for terrible water pollution. The company may have been guilty of polluting, but there were many other sources of pollution as well. The government took a sample at the firm's location, and another down river, but did not take any samples up river. After five years of efforts and a tremendous amount of prestige at risk in this case, the government ultimately lost.

Another example was a case where someone was accused of spilling waste sulfuric acid from a leaking tank into a containment pond. This person would dip a litmus (pH) paper into the top of the pond every morning, and if it didn't change colour he would conclude the water was fine and he would pump over the water into the creek. However, sulfuric acid is heavier than water, and was at the bottom of the pond, while the sample was taken at the top.

There is also a large number of cases dealing with chlorinated solvents, such as trichloroethylene (TCE) and perchloroethylene (PCE), because these were widely used from the 1940s until the 1980s, and very low concentrations would contaminate vast amounts of drinking water for a very long time. Because these chemicals are heavier than water, the worst contamination is found in underground water. It is often difficult to identify the bottom of the underground water body. This depends on the hydrogeology, which may be simple, for example, where there is a layer of sand, and then a layer of granite with no cracks. However, it is usually not that simple.

Then there is the question of the appropriate tools that should be used to take the sample. Some environmental consultants in Canada, whose businesses include taking samples, put on a show every couple of years where they bring all their fancy drilling equipment. Each kind of sample requires a different tool. If the problem is petroleum contamination, for instance, and the sample is taken with a solid stem auger, the sample is invalid. Another example: for certain kinds of samples, one must use a shovel instead of a trowel.

It is terribly important to use the correct containers for samples. Certain kinds of samples must be taken in brown glass jars, others in plastic bags, etcetera. Benzene, which is volatile, will escape if the sample is put in a plastic bag. If the sample is a liquid or a volatile, it must fill the sampling jar to the top, otherwise it will be invalid.

Then comes the question of quantity of sample needed. A given sample quantity may be useful to prove certain kinds of infractions, but not be sufficient for others.

Another problem is the cross-contamination of samples. In one case, where a company was legally entitled to spread pesticide along a railway track, but not into the river, we took a sample of the river water in a bottle. I found out half-way through the trial that the expert, instead of using a proper sampling bottle, had picked up an empty orange juice bottle from a place where it was legal to spray pesticide, and had used this container to take a sample of the river water.

If the wrong kind of gloves are used to pick up a sample, this can also contaminate the sample. Similarly, using plastic casing instead of metal casing to sample chlorinated organics from a well will invalidate the sample.

Some heterogeneous solids are difficult to sample. Imagine, for instance, a pile of old computers, which is supposedly leaching toxic chemicals. From the various pieces and materials in the pile, how does one determine a representative sample? Special rules exist in this case.

II. SELECTING SAMPLE FOR ANALYSIS

In most cases, people take many more samples than they want to analyze, because sample-taking is much cheaper than the actual analysis. If someone who wants to measure soil contamination uses a stem auger to pull out a long snake of dirt, then cuts it into 10 pieces, which piece should be analyzed? To make this choice, one method used is known as field evidence: people use sniffers, which are small machines that light up if certain kinds of volatile organics are present. These machines can be calibrated for different organics. The analyst must keep careful records of what the sniffer shows for each sample, in order to select the worst sample.

III. PRESERVING THE SAMPLE

Another concern is conservation of the sample. Preserving a material may not have the same meaning for the lawyer as it does for the engineer. When an engineer thinks of preserving a metal, for instance, he or she means adding acid to it. In a case that has already lasted fifteen years

in Ontario and cost millions of dollars (*Inco*), a treatment pond containing nickel had overflowed in the area where the company mined nickel (i.e., nickel was already present in the rock). It was thus very important to determine if the nickel found in the water was from the rock or the treatment pond (it is not illegal to have solid nickel in a pond). However, acid had been added to the samples, dissolving the nickel.

Different samples have different requirements for their proper preservation. For example, a sample may require refrigeration, or to be kept in the dark, and/or to be transported properly. As well, a proper chain of custody is critical. Some requirements can be particularly challenging in developing countries, for example, where refrigeration facilities may not be available everywhere.

IV. ANALYSIS OF THE SAMPLE

One of the main concerns regarding analysis is verifying that the laboratory is qualified to conduct the analysis. The International Standards Organization (ISO) has created a voluntary quality standard for laboratories: ISO 17025. There may be domestic rules, too.

In addition, the laboratory analyst who will conduct the tests must be qualified. For example, if out of one hundred persons in the lab, only six are qualified to perform the desired analysis, one of those six individuals must actually do it.

Unfortunately, many things can go wrong with a sample at a laboratory: lack of refrigeration, delay (many sample have a best before date to be analyzed, which could be missed in case of a long backlog), use of incorrect analytical method, etcetera. In one case (*Fletcher v. Kingston*), water from a river was tested to determine if it was contaminated with manure. Manure contains ammonia, and un-ionized ammonia kills fish. At any time, the proportion of ammonia that is ionized (less toxic) versus unionized may vary, and is strongly affected by temperature and pH. In this case, the sample was taken at nine degrees Celsius in a cold Canadian river that never gets warm. Laboratory personnel looked up the standard analytical methodology, which said they had to do two things: first of all, shake the sample vigorously: unfortunately, this changed the pH and increases the total proportion of un-ionized ammonia, making the sample more toxic. Then, they had to warm the sample to fifteen degrees

Celsius, which also increased the proportion of un-ionized ammonia and made the sample more toxic. The methodology used was wrong and the sample was ruined.

V. QUALITY ASSURANCE/CONTROL

An analytical report for any sample must also specify what has been used as the quality control, such as field and travel blanks, duplicates, calibration, spiked samples, et cetera.

If someone wants to take a water sample at any location, he or she must first take an empty bottle, open it, hold it outside in the air for a couple of minutes, and then seal the bottle. This is analyzed to determine what is present as background.

VI. REPORTING AND INTERPRETING THE RESULTS

Most countries have applicable rules governing the content of a certificate of analysis.

One of the possible problems in interpreting test results is false precision. Any method of analysis has something called the method detection limit (MDL), which is written in very small print on any certificate of analysis. The MDL means that any method is accurate only to a certain limit of detection. For example, if a MDL is five, and the certificate of analysis for a sample indicates six, this is outside the accuracy range for the test, and you cannot have confidence in the test result.

The benchmark must also be identified. Once a result is known, to what must it be compared? How much is too much? Many different factors can affect the determination of which benchmark is appropriate, depending on the land use, the type of watercourse, et cetera.

To conclude, sampling and analysis requires clear rules, thorough training, and meticulous attention to detail.