

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



EVALUACION DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA  
DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR  
ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR

EUNICE JAEI BELTRAN IRAHETA

PARA OPTAR AL GRADO DE

LICENCIADA EN QUIMICA Y FARMACIA

ABRIL 2022

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTOR**

MAESTRO. ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

**SECRETARIO GENERAL**

ING. FRANCISCO ANTONIO ALARCON SANDOVAL

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANA**

LICDA. REINA MARIBEL GALDAMEZ

**SECRETARIA**

LICDA. EUGENIA SORTO LEMUS

## **DIRECCION DE PROCESO DE GRADUACION**

### **DIRECTORA GENERAL**

Maestra. Cecilia Haydee Gallardo De Velásquez

### **TRIBUNAL CALIFICADOR**

#### **ASESORA DE AREA EN: CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACÉUTICOS Y COSMÉTICOS**

Licda. Ariana Lisette García De Ventura

#### **ASESORA DE AREA EN: INDUSTRIA FARMACÉUTICA, COSMÉTICA Y VETERINARIOS**

Licda. Corina Ivette Interiano Ramírez

### **DOCENTES ASESORES**

Lic. M.sc. Freddy Alexander Carranza Estrada

Lic. Emerson Gustavo Martínez Hernández

Licda. Brenda Nataly Lemus Sánchez

## **AGRADECIMIENTOS**

Primeramente, gracias a Dios, por darme salud y la sabiduría para llegar hasta este punto de mi vida académica, por haber estado conmigo a lo largo de mi proceso de estudio universitario y el periodo de desarrollo de mi trabajo de graduación, gracias por ser mi orientación y mi ayuda en todo momento.

A mi madre y a mi padre por todos sus esfuerzos, sacrificios, paciencia, dedicación y fortaleza; ya que ellos han sido el motor de todo este proceso, por creer en mí y en este sueño que vemos que se convierte en realidad; y por estar incondicionalmente acompañándome a lo largo de mi vida.

A mis hermanas por apoyarme y animarme en los momentos más difíciles, por empujarme a crecer cada día más a tal grado que gran parte de mi desempeño como profesional y como persona se lo debo a ellas.

Al Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador por darme la oportunidad de realizar un estudio como este y por el uso de sus instalaciones y sobre todo el uso del Espectrofotómetro de Absorción Atómica y todos los reactivos utilizados en el proceso práctico de este trabajo de graduación.

A mis Asesores Lic. M.Sc. Freddy Alexander Carranza Estrada, Lic. Emerson Gustavo Martínez Hernández y Licda. Brenda Nataly Lemus Sánchez por ser una ayuda y guía muy acertada, y realmente sin sus intervenciones no hubiese podido ejecutar y finalizar este proceso.

Al tribunal calificador MSc. Cecilia Haydeé Gallardo de Velásquez, Licda. Ariana Lissette García de Ventura y Licda. Corina Ivette Interiano Ramírez por su participación en mi trabajo de graduación y por su ayuda directa e indirecta para cumplir este trabajo de graduación.

No olvidar de todos nuestros maestros que nos formaron y transmitieron sus conocimientos a lo largo de nuestra carrera a ser profesionales, agradezco la labor que hacen con cada bachiller que entra por las puertas de nuestra amada Facultad de Química y Farmacia desde el día uno.

## **DEDICATORIA**

A mi familia,

Dedico este logro a todos los que formamos parte de ella, ya que sentí ese apoyo y empujé para seguir adelante en todos los años y procesos por los que pasé a lo largo de mi vida universitaria, y por sus sacrificios para ver este sueño hecho realidad, ya que en ningún momento dudaron que podríamos lograrlo.

Agradezco a mis amigos por siempre ser un pilar en los momentos de debilidad y que me impulsaron a seguir adelante animándome y siempre brindándome sus buenos consejos, que me ayudaron a ser más positiva y optimista y que hicieron más ameno todo este viaje.

## INDICE GENERAL

	Pág. N°
Resumen	
<b>Capítulo I</b>	
1.0. Introducción	xvi
<b>Capítulo II</b>	
2.0. Objetivos	
<b>Capítulo III</b>	
3.0. Marco teórico	21
3.1. Generalidades	21
3.1.1. Agua	21
3.1.2. Agua superficial	21
3.1.3. Calidad del Agua	22
3.1.4. Contaminación del agua	22
3.1.4.1. Contaminación natural	23
3.1.4.2. Contaminación de origen humano	23
3.2. Metales pesados	24
3.2.1. Plomo	25
3.2.1.1. Efectos en el medio ambiente	25
3.2.1.2. Efectos en la salud humana	26
3.3. Espectrofotometría de Absorción Atómica	26
3.3.1. Definición	26
3.3.2. Descripción	26
3.3.3. Fundamento de Espectrofotometría de Absorción Atómica por horno de grafito	27
3.3.4. Control de interferencias	28
3.3.4.1. Interferencias espectrales	29
3.4. Validación de métodos	30
3.5. Parámetros de desempeño	31
3.6. Protocolo de validación	31
3.7. Elaboración de informe	32
3.8. Herramientas estadísticas	33

<b>Capítulo IV</b>	<b>35</b>
4.0. Diseño metodológico	35
4.1. Tipo de estudio	35
4.2. Investigación bibliográfica	35
4.3. Investigación de campo	35
4.3.1. Universo	35
4.3.2. Muestras	36
4.4. Parte experimental	36
4.4.1. Establecimiento del protocolo para los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en agua superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica	38
4.4.2. Evaluación de los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por horno de grafito	39
4.4.2.1. Parámetros de desempeño del método Espectrofotométrico en Absorción Atómica por Horno de Grafito	50
4.4.3. Diseño de las hojas de cálculo de cada uno de los parámetros de desempeño	54
4.4.4. Elaboración del informe de validación de los parámetros de desempeño con sus respectivos resultados y criterios de aceptación	
<b>Capítulo V</b>	<b>56</b>
5.0. Resultados y discusión	56
5.1. Establecer el protocolo de validación para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica	74
5.2. Diseño de las hojas de cálculo en Excel para el análisis de los datos obtenidos en la evaluación de los parámetros de desempeño	74
5.3. Evaluación de los parámetros de desempeño	74
5.3.1. Intervalo lineal	76
5.3.2. Intervalo de trabajo	78
5.3.3. Exactitud	80
5.3.4. Repetibilidad	81

5.3.5. Precisión intermedia	83
5.3.6. Límite de cuantificación	86
5.3.7. Robustez	87
5.4. Elaboración de informe de validación de los parámetros de desempeño	
<b>Capítulo VI</b>	<b>112</b>
6.0. Conclusiones	
<b>Capítulo VII</b>	<b>114</b>
7.0. Recomendaciones	
Bibliografía	
Glosario	
Anexos	

## INDICE DE CUADROS

Cuadro N°	Pág. N°
1. Residuos producidos según el tipo de industria	24

## INDICE DE TABLAS

<b>Tabla N°</b>	<b>Pág. N°</b>
1. Parámetros a evaluar en Métodos no Normalizados	32
2. Concentración de estándares del intervalo de trabajo	41
3. Ecuaciones de varianza ANOVA	54
4. Absorbancias obtenidas de los estándares de plomo del intervalo lineal	76
5. Datos obtenidos de los resultados del Intervalo lineal	77
6. Datos obtenidos para el Intervalo de Confianza	78
7. Absorbancias obtenidas en los estándares de plomo en el Intervalo de Trabajo	78
8. Datos de la curva del Intervalo de trabajo del método de Espectrofotometría Absorción Atómica	79
9. Datos para Intervalo de confianza del intercepto	80
10. Datos obtenidos de la exactitud del método por Espectrofotometría en Absorción atómica	81
11. Datos para el Intervalo de Confianza en la exactitud	82
12. Datos obtenidos de la repetibilidad del método Espectrofotométrico Absorción Atómica	82
13. Datos obtenidos en la precisión Intermedia del método Espectrofotométrico Absorción Atómica	83
14. Datos promedios de las Absorbancias de cada analista	84
15. Resultados obtenidos en la Varianza ANOVA	84
16. Resultados obtenidos de la precisión intermedia para la Varianza ANOVA	85
17. Datos para la curva de calibración para el límite de cuantificación	86
18. Los valores de concentración del blanco	87
19. Resultados del análisis de robustez	88

## INDICE DE FIGURAS

<b>Figura N°</b>	<b>Pág. N°</b>
1. Agua Superficiales	21
2. Plomo (Pb)	25
3. Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AA7000	27
4. Curva de calibración para el Intervalo lineal	77
5. Grafica del Intervalo de Trabajo	79
6. Grafica de Exactitud	81
7. Curva de calibración para Absorbancia 1	86
8. Curva de calibración para Absorbancia 2	87

## INDICE DE ANEXOS

### Anexos N°

1. Manejo del equipo de SHIMADZU AA7000
2. Croquis del lugar del nacimiento de agua
3. Formato de etiqueta y frasco de recolección de muestra
4. Formato del protocolo de los parámetros de desempeño
5. Materiales, equipos y reactivos para la determinación de plomo en agua superficiales
6. Pre-tratamiento de la muestra de agua
7. Preparación de reactivos
8. Cálculos para la preparación de la curva estándar de plomo
9. Preparación de la curva estándar de plomo
10. Procedimiento de Intervalo de Trabajo
11. Procedimiento de exactitud
12. Procedimiento de repetibilidad
13. Procedimiento de precisión intermedia
14. Procedimiento de límite de cuantificación
15. Formato de la hoja de cálculos
16. Formato de informe final
17. Hoja de cálculo de Excel
18. Fotos
19. Tabla estadística de la distribución T de Student
20. Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos Organismo Salvadoreño de Acreditación
21. Reglamento Técnico Salvadoreño en Agua de Consumo Humano de Calidad e Inocuidad
22. Metodología para el análisis de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica
23. Certificados de reactivos

## SIMBOLOS

$S$	=	Desviación estándar
$S_{y/x}$	=	Desviación estándar de regresión
	=	Desviación estándar de la pendiente
$S_{bo}$	=	Desviación estándar de la ordenada al origen
$IC(\beta_1)$	=	Intervalo de confianza de la pendiente poblacional
$IC\beta_0$	=	Intervalo de confianza para la ordenada al origen poblacional
$IC\mu$	=	Intervalo de confianza para la media población
$r^2$	=	Coeficiente de regresión lineal
$CV$	=	Coeficiente de variación
$CV_{y/x}$	=	Coeficiente de variación de regresión
$\bar{y}$	=	Media aritmética y
$\bar{x}$	=	Media aritmética x
$N$	=	Según el número de repeticiones por cada nivel
$LC$	=	Límite de cuantificación
$M$	=	Pendiente
$\%R$	=	Porcentaje de recobro
$B$	=	Pendiente de la recta de calibración
$b_1$	=	Pendiente
$b_0$	=	Ordenada al origen
$t_{0.975,n-1}$	=	Valor de la distribución t de Student y asociada a una confianza del 95 % y grados de libertad establecidos
$\sum y$	=	Sumatoria de componente y
$\sum x$	=	Sumatoria de componente de x

## RESUMEN

Se realizó la evaluación de parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, realizado la parte experimental en el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador, la investigación se desarrolló en el periodo enero 2021 a abril 2022.

En la primera parte, se elaboró un protocolo de parámetros de desempeño con el propósito de que sirva como guía para realizar la metodología de evaluación, se realizó la parte experimental aplicando la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), en la cual se evaluaron los parámetros de desempeño siguientes: Intervalo lineal, intervalo de trabajo, exactitud, repetibilidad, precisión intermedia, límite de cuantificación y robustez, se elaboraron las hojas de cálculo en Excel para cada parámetro de desempeño y al final se realizó el informe.

Según los ensayos realizados se obtuvieron los siguientes resultados: El intervalo lineal con un coeficiente de regresión 0.9998, intervalo de confianza para la pendiente de 0.0105, 0.0123, el intervalo de trabajo con un coeficiente de regresión de 0.9999, intervalo de confianza del intercepto de -0.0176, 0.0216 y coeficiente de variación de 2.25%, la exactitud presentó un coeficiente de variación de 2.0185 y un intervalo de confianza 99% - 101%, el coeficiente de variación para la repetibilidad de 1.41%, precisión intermedia, el coeficiente de variación de 2.67% y la varianza ANOVA de  $0.0108 < 7.7086$ , límite de cuantificación de  $0.559 \mu\text{g/L}$ , la robustez, el valor absoluto de cada modificaciones de -0.2%, 0.14%, 0.09%, 0.25%, 0.22%, 0.22%, 0.24%, cada parámetro de desempeño cumplió con el criterio de aceptación.

Después de la parte experimental y resultados obtenidos de cada parámetro de desempeño se concluye que el método es adecuado para determinar plomo en aguas superficiales. Se recomienda realizar calibración y mantenimiento cada año en el equipo y almacenar los patrones, estándares y muestra en recipiente plástico y no en vidrio porque reacciona los metales pesados en solución.

**CAPITULO I**  
**INTRODUCCION**

## I. INTRODUCCION

El agua es el recurso esencial y crucial para la humanidad y para el resto de los seres vivos. Sin embargo, la contaminación del agua es un problema local, regional y mundial, debido a que la mayoría de mantos acuíferos están siendo afectados por microorganismos, productos químicos, residuos industriales, aguas residuales, entre otros. Entre los productos químicos se encuentran los metales pesados que generan bioacumulación en la superficie de la tierra. Diferentes investigaciones han demostrado que uno de los metales pesados más importantes debido a su nivel de toxicidad en el ser humano es el Plomo (Pb) que es clasificado como contaminante en aguas de consumo humano y en aguas para riego agrícola.

En la agricultura el agua contaminada por plomo, puede ser absorbida por las plantas y así incorporarse a la cadena trófica. El plomo no es degradado fácilmente de forma natural o biológica ya que no tiene funciones metabólicas específicas para los seres humanos. Debido a esta situación los agricultores y las comunidades, recurren al análisis de Plomo (Pb) en aguas para garantizar que los productos agrícolas que se obtienen sean de buena calidad.

Es por esta razón, que el objetivo principal de la presente investigación es evaluar los parámetros de desempeño para la determinación de Plomo (Pb) en agua superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, se realizó en el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador, para ampliar su capacidad de servicio se llevó a cabo la apropiada documentación, para ello, se realizó un estudio transversal que comprende en el periodo de enero 2021 a abril 2022

Se evaluó los siguientes parámetros de desempeño: repetibilidad, precisión intermedia, exactitud, intervalo lineal, límite de cuantificación, intervalo de trabajo y robustez, lo que permitió verificar el cumplimiento de cada criterio de aceptación. El estudio incidió positivamente, ya que se elaboró un protocolo de validación que indica correctamente la parte experimental, mediante procedimientos que detallan su objetivo, alcance, responsables, reactivos, materiales y equipos, referencia del método y procedimientos para la determinación de los parámetros. Al obtener las lecturas de cada uno se elaboró las hojas de cálculos en Excel una vez teniendo los resultados se llevó

a cabo el informe final. Los resultados obtenidos en el método de Espectrofotómetro de Absorción Atómica por Horno de grafito son apto para la determinación de plomo en aguas superficiales, cumple cada criterio aceptación de cada parámetro desempeño.

## **CAPITULO II**

### **OBJETIVOS**

## **II. OBJETIVOS**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL**

Evaluar los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS**

- 2.2.1** Establecer el protocolo de validación para la determinación de plomo en agua superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica por horno de grafito basado en la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2.
- 2.2.2** Determinar los parámetros desempeño: repetibilidad, precisión intermedia, exactitud, Intervalo lineal, límite de cuantificación, Intervalo de trabajo y robustez especificados en la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2.
- 2.2.3** Diseñar las hojas de cálculo en Excel para el análisis de los datos obtenidos en la evaluación de los parámetros de desempeño.
- 2.2.4** Elaborar el informe de validación de los parámetros de desempeño con sus respectivos resultados y criterios de aceptación de acuerdo a los requisitos de la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2.

**CAPITULO III**  
**MARCO TEORICO**

### III. MARCO TEORICO

#### 3.1. Generalidades

##### 3.1.1. Agua

El agua es un compuesto formado por dos átomos de hidrógeno (H) y uno de oxígeno (O<sub>2</sub>). Proveniente del latín aqua (agua). A temperatura ambiente es líquida, inodora, insípida e incolora, aunque adquiere una leve tonalidad azul en grandes volúmenes, debido a la refracción de la luz al atravesarla, ya que absorbe con mayor facilidad las longitudes de onda larga (rojo, naranja y amarillo) que las longitudes de onda corta (azul, violeta), desviando levemente estas últimas, provocando que en grandes cantidades de agua esas ondas cortas se hagan apreciables. <sup>(10)</sup>

Existe diferentes tipos de agua, dentro de las cuales, la principal para esta investigación es: Aguas Superficiales.

##### 3.1.2. Agua superficial

Las aguas superficiales son aquellas que se encuentran en la superficie de la Tierra.

Estas provienen de las precipitaciones, las cuales si no se llegan a filtrar en el suelo pueden aparecer en reposo como lagos, lagunas y pantanos, o bien en continuo movimiento como los ríos, arroyos, manantiales. <sup>(2)</sup>



**Figura. N° 1.** Agua Superficiales. <sup>(2)</sup>

Se pueden distinguir dos tipos de aguas superficiales:

- **Aguas lólicas o corrientes:** Son las masas de agua que se mueven siempre en una dirección como ríos, manantiales, riachuelos, arroyos. <sup>(2)</sup>
- **Aguas lénticas:** Se denominan aguas lénticas a la interiores quietas o estancadas tales como los lagos, lagunas, charcas, humedales y pantanos. <sup>(2)</sup>

### 3.1.3. Calidad del Agua <sup>(10)</sup>

Es un factor que incide directamente en la salud de los ecosistemas y el bienestar humano, de ella depende la biodiversidad, la calidad de los alimentos, las actividades económicas, etc. por tanto, la calidad del agua es también un factor influyente en la determinación de la pobreza o riqueza de un país.

Desde la perspectiva de su gestión, la calidad del agua se define por su uso final. Así, el agua para el recreo, la pesca, la agricultura, la bebida o como hábitat para organismos acuáticos requiere de mayores niveles de pureza, mientras que, para obtener energía hidráulica, por ejemplo, las normas de calidad son mucho menos importantes.

Sin embargo, debemos tener en cuenta que después de su uso, el agua suele volver de nuevo al sistema hidrológico, de manera que si se deja sin tratamiento puede acabar afectando gravemente al medio. Como el control de la calidad del agua debe efectuarse en todo su circuito, se debe contar con todos los usos de esta:

- Consumo doméstico y público.
- Preservación de fauna y flora.
- Agrícola.
- Pecuaria.
- Recreativo.
- Industrial.
- Estético.

### 3.1.4. Contaminación del agua

La contaminación de las aguas puede proceder de fuentes naturales o de actividades humanas. En la actualidad la más importante, sin duda, es la

provocada por el hombre. El desarrollo y la industrialización suponen un mayor uso de agua, una gran generación de residuos, muchos de los cuales van a parar al agua y el uso de medios de transporte fluviales y marítimos que, en muchas ocasiones, son causa de contaminación de las aguas. <sup>(9)</sup>

#### **3.1.4.1. Contaminación natural**

Algunas fuentes de contaminación del agua son naturales, por ejemplo: el Mercurio (Hg) que se encuentra naturalmente en la corteza de la tierra y en los océanos, contaminan la atmosfera. Algo similar pasa con los hidrocarburos y con muchos otros productos. Normalmente las fuentes de contaminación natural son muy dispersas y no provocan concentraciones altas de polución, excepto en algunos lugares muy concretos como lo son las industrias. <sup>(9)</sup>

#### **3.1.4.2. Contaminación de origen humano**

Hay cuatro focos principales de contaminación antropogénica. <sup>(9)</sup>

##### **- Vertidos Humanos**

La actividad doméstica produce principalmente residuos orgánicos, pero el alcantarillado arrastra además todo tipo de sustancias: emisiones de los automóviles (hidrocarburos, plomo y otros metales.), sales, ácidos, etc. <sup>(9)</sup>

##### **- Navegación**

La contaminación por petróleo se produce por su liberación accidental o intencionada en el ambiente, provocando efectos adversos sobre el hombre o sobre el medio, directa o indirectamente.

La contaminación involucra todas las operaciones relacionadas con la explotación y transporte de hidrocarburos, que conducen inevitablemente al deterioro gradual del ambiente. <sup>(9)</sup>

##### **- Agricultura y ganadería**

Los trabajos agrícolas producen vertidos de pesticidas, fertilizantes y restos orgánicos de animales y plantas que contaminan de una forma difusa pero muy notable en las aguas.

La mayoría de los vertidos directos que hay, son responsabilidad de la ganadería. Se les llama directos a los vertidos que no se hacen a través de redes urbanas. <sup>(9)</sup>

## - Industria

**Cuadro N°1.** Residuos producidos según el tipo de industria

Sector industrial	Sustancias contaminantes principales
Construcción.	Sólidos en suspensión, metales, pH
Minería.	Sólido en suspensión, metales pesados, materia orgánica, pH, cianuros.
Energía.	Color, hidrocarburos y productos químicos
Textil y piel.	Cromo, tensoactivos, colorantes, grasas, disolventes orgánicos, ácido acético, sólidos en suspensión.
Automoción.	Aceites lubricantes, pinturas y aguas residuales.
Siderurgia.	Aceites, metales disueltos, emulsiones y ácidos
Química inorgánica	Hg, P, fluoruros, cianuros, amoníaco, nitritos, F, Mn, Ni, Pb, Cd, Se, Zn, etc.
Química orgánica	Organohalogenados y compuestos cancerígenos.
Fertilizantes.	Nitratos y fosfatos.
Pasta y papel.	Sólidos en suspensión.
Plaguicidas.	Organohalogenados, organofosforados, compuestos cancerígenos, biocidas, etc.
Fibras químicas.	Aceites minerales.
Pinturas, barnices y tintas	Compuestos organoestánicos, compuestos de Zn, Cr, Se, Mo, Ti, Sn, Ba, Co, etc.

### 3.2. Metales pesados

Los metales pesados son todos aquellos que tienen una densidad mayor a  $5 \text{ g/cm}^{-3}$ , poseen una conductividad eléctrica alta, son dúctiles, la mayoría son elementos de transición con capacidad para formar compuestos que pueden o no sufrir actividad redox. De los 902 elementos que se encuentran naturalmente 21 son no metales, 16 son metales ligeros y los tres restantes, incluyendo el Arsénico (As), son metales pesados. Se incluyen el Cadmio, Cromo, Cobre, Hierro, Manganeseo, Molibdeno, Cobalto, Mercurio, Níquel, Plomo, Aluminio y Selenio. <sup>(10)</sup>

Dentro del elemento pesado más tóxico y de mayor acumulación en los seres vivos está el Plomo (Pb).

### 3.2.1. Plomo

El Plomo (Pb) es un metal pesado de densidad relativa de 11.4 a 16°C, de color azulado, que se empaña para adquirir un color gris mate como se muestra en la figura N°2. Es flexible, inelástico y se funde con facilidad. Sus compuestos más importantes para la industria son los óxidos de plomo, el tetraetilo de plomo y los silicatos de plomo. Este elemento forma aleaciones con muchos metales y, en general, se emplea de esta forma en la mayor parte de sus aplicaciones. <sup>(4)</sup>



**Figura. N°2.** Plomo (Pb). <sup>(2)</sup>

El uso más amplio se encuentra en la fabricación de acumuladores, sin embargo, se encuentra en otras aplicaciones importantes como la fabricación de forros para cables, elementos de construcción, pigmentos, soldadura suave, municiones, plomadas para pesca entre otros. <sup>(4)</sup>

#### 3.2.1.1. Efectos en el medio ambiente

El Plomo (Pb) se encuentra de forma natural en el ambiente, pero generalmente, las concentraciones elevadas son el resultado de la contaminación por las actividades humanas. El uso industrial de este metal hace que se acumule en los cuerpos de los seres vivos, por ejemplo, en los organismos acuáticos y organismos del suelo. Cada una de estas especies experimenta efectos en su salud por envenenamiento con Plomo (Pb), aun cuando solo hay pequeñas concentraciones de él. <sup>(4)</sup>

### 3.2.1.2. Efectos en la salud humana

El Plomo (Pb) es uno de los metales pesados con mayor efecto perjudicial sobre la salud humana. Este puede ingresar al cuerpo humano a través de la comida (65%), agua (20%) y aire (15%). Productos alimenticios como frutas, vegetales, carnes, granos, mariscos, refrescos y vino pueden contener cantidades significantes de este elemento, ingresando en la cadena alimenticia y debido a que este metal no cumple ninguna función esencial en el cuerpo humano, puede hacer daño a diferentes órganos como el riñón, hígado, encéfalo y huesos. Dada su similitud con el Calcio (Ca), el mayor depósito de Plomo (Pb) se localiza en el tejido óseo y puede llegar a ocasionar enfermedades en el ser humano. <sup>(4)</sup>

## 3.3. Espectrofotometría de Absorción Atómica

### 3.3.1. Definición

Es una técnica para determinar la concentración de un elemento metálico determinado en una muestra. Puede utilizarse para analizar la concentración de más de 62 metales diferentes en una solución. <sup>(10)</sup>

### 3.3.2. Descripción

Es un método instrumental que está basado en la atomización del analito en matriz líquida y que utiliza comúnmente un nebulizador pre-quemador (o cámara de nebulización) para crear una niebla de la muestra y un quemador con forma de ranura que da una llama con una longitud de trayecto más larga. La niebla atómica es desolvatada y expuesta a una energía a una determinada longitud de onda emitida ya sea por una Lámpara de Cátodo hueco construida con el mismo analito a determinar o una Lámpara de Descarga de Electrones (EDL). Normalmente las curvas de calibración no cumplen la Ley de Beer-Lambert en su estricto rigor.

La temperatura de la llama es lo bastante baja para que la llama de por sí no excite los átomos de la muestra de su estado fundamental. El nebulizador y la llama se usan para desolvatar y atomizar la muestra, pero la excitación de los átomos del analito es hecha por el uso de lámparas que brillan a través de la llama a diversas longitudes de onda para cada tipo de analito.

En la Espectrofotometría de Absorción Atómica la cantidad de luz absorbida después de pasar a través de la llama determina la cantidad de analito existente en la muestra. Hoy día se utiliza frecuentemente una mufla de grafito (u horno de grafito) para calentar la muestra a fin de desolvatarla y atomizarla, aumentando la sensibilidad.

El método del horno de grafito puede también analizar algunas muestras sólidas o semisólidas. Debido a su buena sensibilidad y selectividad, sigue siendo un método de análisis comúnmente usado para ciertos elementos traza en muestras acuosas (y otros líquidos). Otro método alternativo de atomización es el Generador de Hidruros. <sup>(6)</sup>

### **3.3.3. Fundamento de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito**

El principio del método se basa en la absorción de luz por parte de un elemento en estado atómico. La longitud de onda a la cual la luz es absorbida es específica de cada elemento. Se mide la atenuación de la intensidad de la luz como resultado de la absorción, siendo la cantidad de radiación absorbida proporcional a la cantidad de átomos del elemento presente.

El método involucra fundamentalmente 2 procesos: la atomización de la muestra y la absorción de radiación proveniente de una fuente por los átomos libres. <sup>(6)</sup>

En la Figura N°3 se muestra una fotografía del equipo Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AA7000 y en el Anexo N°1 Se muestra el manejo del equipo.



**Figura N°3** Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AA7000

El tratamiento de la muestra hasta la atomización comprende las siguientes etapas:

### **Secado**

Una vez que la muestra ha sido inyectada en el tubo de grafito, se calienta a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente (usualmente entre 80 a 180 °C). El objetivo de esta etapa es la evaporación del solvente. La muestra inyectada (2-20 µL) en el horno de grafito es sometida a una temperatura inferior al punto de ebullición del solvente (80-180 °C). Aquí se evaporan el solvente y los componentes volátiles de la matriz. <sup>(6)</sup>

### **Calcinado**

El próximo paso del programa es el calcinado por incremento de la temperatura, para remover la mayor cantidad de material (materia orgánica) de la muestra como sea posible, sin pérdida del analito. La temperatura de calcinación usada varía típicamente en el rango de 350 a 1600 °C. Durante el calcinado, el material sólido es descompuesto mientras que los materiales refractarios, como por ejemplo los óxidos, permanecen inalterados. <sup>(6)</sup>

### **Atomización**

En esta etapa, el horno es calentado rápidamente a altas temperaturas (1800-2800 °C) para vaporizar los residuos del paso de calcinado. Este proceso lleva a la creación de átomos libres en el camino óptico. Se mide la absorbancia durante este paso. La temperatura de atomización depende de la volatilidad del elemento. <sup>(6)</sup>

Usualmente se agrega una cuarta etapa para limpieza del horno a una temperatura superior a la temperatura de atomización. Cuanto mejor sea la separación de los elementos concomitantes del analito, mejor será la atomización y la determinación estará más libre de interferencias. <sup>(6)</sup>

### **3.3.4 Control de interferencias**

Aunque el estado atómico está sujeto a interferencias, éstas son de una naturaleza distinta a las encontradas en la atomización por llama, pueden ser controladas básicamente cambiando las condiciones analíticas y mediante la adición de modificadores de matriz, lo que minimiza la etapa de preparación de muestra y la introducción de errores. <sup>(6)</sup>

### 3.3.4.1. Interferencias espectrales

#### - Emisión interferente

Ocurre cuando la radiación de un “cuerpo negro” alcanza el detector. Este problema se manifiesta por aumento de la señal variable (ruido) que disminuye el desempeño analítico. El potencial observado para la emisión interferente se incrementa con la longitud de onda. Tal es el caso de elementos como el cromo, calcio o bario. La emisión interferente se controla primeramente con un diseño de la óptica del espectrómetro. El analista debe prestar particular atención a la alineación del camino óptico y al mantenimiento, ya que pueden ocasionar problemas de interferencias. Asimismo, la limpieza de las ventanas de los compartimientos es de especial importancia para evitar radiaciones de cuerpos negros.

Finalmente, se debe considerar como un factor de suma importancia la temperatura de atomización, la cual no debe ser mayor que la requerida para atomizar en forma eficiente el analito. Esto último minimiza la radiación de cuerpos negros y prolonga la vida útil del tubo de grafito. <sup>(6)</sup>

#### - Absorción de fondo

La interferencia espectral más importante son los problemas surgidos a partir de la absorción de fondo. Esta es una atenuación no específica de la luz a la longitud de onda del analito, ocasionada por componentes presentes en la matriz de la muestra. Estas bandas de absorción se deben normalmente a absorción molecular o a dispersión de la luz causada por compuestos sin disociar de la matriz en el camino óptico durante la atomización. Como se trata de bandas de absorción, la probabilidad que se superponga con la longitud de onda del analito es significativa. Las técnicas para controlar la absorción de fondo se aplican a casi todos los trabajos en Espectrofotometría de Absorción Atómica de Horno de Grafito (GFAAS). Estas técnicas incluyen tratamiento de la muestra (ejemplo, modificadores de matriz) y compensación espectral por técnicas de corrección de fondo ópticas (técnica de corrección con lámpara de deuterio). <sup>(6)</sup>

#### - Métodos para corrección de las interferencias espectrales. <sup>(6)</sup>

El propósito del paso de calcinación es volatilizar todos los componentes de la matriz antes de la atomización del analito. Si este proceso fuera 100% eficiente, no existiría absorción de fondo. Sin embargo, la remoción de la matriz durante

la calcinación está limitada por la temperatura a la cual se pierden los átomos del analito.

El grado de remoción de la matriz durante la calcinación depende de la volatilidad relativa de los componentes de la matriz y el analito. Es deseable que la matriz sea más volátil que el analito, para que la mayor cantidad del mismo sea impulsado fuera durante la calcinación y que el analito no se pierda. La volatilidad relativa de la matriz y el analito puede ser controlada por agregado de modificadores de matriz. Los procedimientos clásicos de modificadores de matriz involucran la adición de éste a la muestra que contiene el analito con el propósito de hacerlo menos volátil, y permite el uso de temperaturas de calcinación más altas para promover la remoción de la matriz. El uso de mezclas de modificadores, como la de nitrato de paladio y nitrato de magnesio, es recomendado para muchas determinaciones en horno de grafito. Dichas mezclas de modificadores proveen mejores resultados; sin embargo, no son de aplicación universal.

Otra estrategia para corregir interferencias espectrales es variar el volumen de inyección, cuando la sensibilidad no es una limitante. Volúmenes mayores contienen mayor cantidad de átomos del analito, mejorando la capacidad de detectar menores concentraciones del mismo. Sin embargo, volúmenes mayores contienen también mayores cantidades de otros componentes de la muestra. Cuando la absorción de fondo limita la calidad del análisis, es frecuente reducir el volumen de la muestra, para reducir los demás componentes que producen la absorción de fondo. <sup>(6)</sup>

Otro procedimiento que minimiza la absorción de fondo es modificar el paso de calcinación en el programa del horno. Por ejemplo, se pueden usar distintas temperaturas de calcinación para remover los componentes que contribuyen a la absorción de fondo antes de la atomización del analito. <sup>(6)</sup>

### **3.4. Validación de métodos**

La validación de un procedimiento analítico es el proceso que establece, mediante estudios en el laboratorio, que las características de desempeño del procedimiento cumplen los requisitos para las aplicaciones analíticas previstas.<sup>(11)</sup>

Para validar cualquier método analítico es necesario realizar un análisis estadístico para el manejo y análisis de datos, para llevar a cabo una correcta evaluación y respaldar las conclusiones que proporciona dicho análisis.

### **3.5. Parámetro de desempeño**

Las características de validación que necesitan ser evaluadas y que típicamente son: exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad, intervalo de linealidad y robustez. <sup>(1)</sup>

Según la Guía G 9.6 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos versión 2, Aprobado 2017/05/23 por la Organismo Salvadoreño de Acreditación, los Parámetros de desempeño en la validación de métodos analíticos son: <sup>(8)</sup>

1. Exactitud
2. Precisión
3. Selectividad / Especificidad
4. Límite de detención
5. Límite de cuantificación
6. Linealidad
7. Robustez
8. Incertidumbre

### **3.6. Protocolo de validación**

Es una descripción de pruebas específicas para demostrar que un proceso da resultados que cumplen con los criterios preestablecidos de manera consistentes. Debe incluir definición única, objetivos, definición del sistema a validar identificación de los parámetros, diseño del procedimiento experimental y los criterios de aceptación, matrices, el método, firmado y fechado por las personas responsables de la validación y aprobación. <sup>(8)</sup>

Los protocolos de validación deben tener las siguientes partes como mínimo:

- A. Identificación.
- B. Objetivo
- C. Alcance
- D. Responsable
- E. Parámetros a estudiar y los correspondientes criterios de aceptación.

- F. Muestras (Matrices).
- G. Equipos, reactivos y materiales de referencia involucrados en la validación
- H. Referencia del método analítico a validar.
- I. Procedimiento para la determinación de los parámetros a evaluar.

A continuación, se escribe el alcance de validación para métodos no normalizados según la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2 Aprobado 2017/05/23. <sup>(8)</sup>

**Tabla N°1 Parámetros a evaluar en Métodos no Normalizados**

Parámetros	Cualitativo	Cuantificación de componentes	Propiedad física
Selectividad/ Especificidad	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>No</b>
Linealidad	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Si</b>
Exactitud	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Si</b>
Precisión	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Límite de Detección	<b>Sí</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
Límite de Cuantificación	<b>No</b>	<b>Si</b>	<b>Si</b>
Robustez	<b>Si</b>	<b>Si</b>	<b>Si</b>
Incertidumbre	<b>No</b>	<b>Si</b>	<b>Si</b>

+ Dependerá de la naturaleza del método, de la matriz a ensayar o rango a validar.

### 3.7. Elaboración del informe

El informe de validación contiene la información suficiente para poder concluir acerca de la validación que se ha desarrollado. <sup>(8)</sup>

Debe incluir:

- Referencia del protocolo utilizado
- Parámetros desempeño y criterios de aceptación
- Resultados Analíticos
- Resultados Estadísticos
- Interpretación de resultados y/o conclusiones
- Cuadro resumen de los resultados obtenidos (parámetro, criterio, resultado y conclusión)
- Declaración de Aptitud del Método

- Datos crudos

Además, será autorizado por o las personas asignadas por el laboratorio.

### **3.8. Herramientas estadísticas**

En la actualidad las herramientas estadísticas son de gran utilidad para las evaluaciones de parámetros de desempeño ya que por medio de sus datos se dan respuesta a la investigación y se verifica si cumple el método que se desarrolla, las herramientas intrínsecas van sujetas con las estadísticas porque brinda resultados confiables y certeros a la hora de procesar los datos.

Las herramientas estadísticas para una evaluación de parámetros de desempeño es un requisito importante para la confiabilidad de los resultados entregados de cualquier análisis. En la actualidad se ocupa un conjunto de técnicas matemáticas y estadísticas. Mediante estas aplicaciones las herramientas estadísticas son fiables que permite asegurar la calidad de los datos en el Laboratorios de análisis.

**CAPITULO IV**  
**DISEÑO METODOLOGICO**

## IV. DISEÑO METODOLOGICO

### 4.1. Tipo de estudio

- **Bibliográfico:** Se realizó la búsqueda de información necesaria para lograr efectuar la evaluación de los parámetros de desempeño del método Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, en libros y normativas vigentes.
- **Experimental:** Se realizaron los ensayos fisicoquímicos en el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador, para la evaluación de los parámetros de desempeño por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica.
- **Transversal:** El estudio se realizó en el periodo correspondiente de enero del 2021 a abril del 2022.

### 4.2. Investigación bibliográfica

La investigación bibliográfica se llevó a cabo en las siguientes bibliotecas:

- Dr. Benjamín Orozco de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Central de la Universidad de El Salvador.
- Félix Choussy de la Facultad de Ciencia Agronómicas de la Universidad de El Salvador.
- Internet.

### 4.3. Investigación de campo

#### 4.3.1. Universo

Lo constituyen las Aguas Superficiales de El Salvador, destinadas para la siembra de diferentes cultivos y para consumo humano.

#### 4.3.2. Muestras

Las muestras utilizadas en la parte experimental, fueron recolectadas en el nacimiento de agua natural ubicado en el Cantón San Diego, municipio de La

Libertad, departamento de La Libertad, El Salvador (Ver anexo N°2), del cual se tomaron 6 muestras.

Los materiales utilizados para la recolección de las muestras fueron: 6 frascos de polietileno con capacidad de un litro con cierre hermético, etiquetas (Ver Anexo 3) y hielera para la conservación de las muestras de agua.

**Condiciones de muestreo:**

- Lavar los frascos con una solución de ácido clorhídrico (1+1) y posterior enjuagar con agua desmineralizada.
- Conservar la muestra a una temperatura de 4°C a 10°C al momento del traslado al laboratorio.
- Ajustar el agua a pH menor o igual a 2 con ácido nítrico para su preservación se almacena durante 6 meses.

**Toma de muestra**

La toma de muestra se llevó a cabo de la siguiente manera:

1. Se retiró el tapón del frasco y se ambientó dos veces con el agua de nacimiento
2. El frasco se llenó completamente con el agua del nacimiento
3. Luego se procedió a cerrar y rotular
4. Se colocó el frasco con la muestra en una hielera para su traslado al laboratorio

**Almacenamiento y conservación:** Conserva en un envase de polietileno hermético y bien cerrado. Almacenar en la refrigeradora.

**4.4. Parte experimental**

**4.4.1 Establecimiento del protocolo de validación para la determinación de plomo en agua superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica**

Se elaboró un protocolo de validación que incluye un encabezado en todas las páginas que contiene el nombre del documento, denominado: Protocolo de parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica.

También contiene el número de edición, la fecha de vigencia, y el número correlativo de página, evitando con esto la modificación no autorizada del documento.

Además, establece los parámetros de desempeño a evaluar, con el procedimiento, cálculos y especificaciones requeridos en cada uno de los parámetros.

Se incluye un esquema resumen de los parámetros de desempeño; Así como los materiales y reactivos a utilizar, finalmente la bibliografía utilizada para su elaboración.

Para la elaboración del protocolo de validación de la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica tomamos como base la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2 Aprobado 2017/05/23 y los requerimientos internos del Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador.

A continuación, se describe las partes que contiene el protocolo de validación: (Ver Anexo N°4)

### **1. Identificación**

Se identifica de acuerdo al control interno de documentos definido por el laboratorio ejemplos: colocar el logotipo de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador y el de la Universidad de El Salvador, el tema del protocolo, índice, Código, responsables, fecha de emisión, revisión y aprobación.

### **2. Objetivos**

Definir la finalidad del protocolo de validación.

### **3. Alcance**

Delimitación en la cual se lleva a cabo el análisis.

### **4. Parámetros a estudiar y los correspondientes criterios de aceptación**

Establecer los parámetros a validar y su criterio de aceptación de acuerdo al tipo de referencia utilizada.

**5. Muestras**

Se definen los tipos de muestras, identificación.

**6. Equipos, reactivos y materiales de referencia involucrados en la validación**

Detallar los equipos, reactivos y materiales de referencia involucrados en la validación, los datos que debe contener son: lote, fecha de vencimiento, proveedor, modelo el equipo.

**7. Referencia del método analítico a validar**

Detallar el nombre, versión, edición, año y cualquier otra información pertinente de las referencias utilizadas.

**8. Procedimiento para la determinación de los parámetros a evaluar**

Detallar claramente los parámetros que se han definido para realizar la validación, así como un detalle del procedimiento a seguir para la estimación de cada uno, en el cual incluya el proceso a seguir para su determinación y los criterios de aceptación.

**4.4.2 Evaluación de los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por horno de grafito****Pre-tratamiento de la muestra**

Material, equipo y reactivos ver en anexo N°5

El pre-tratamiento es necesario en la muestra porque contiene sustancias orgánicas que puede interferir en los resultados de análisis o que la muestra contiene elemento como coloide o complejo metálico. (3)

La muestra analiza en la parte experimental se realizó el pre-tratamiento debido a las sustancias orgánicas (Ver anexo N°6).

**Digestión con ácido clorhídrico concentrado**

1. Agregar 5.0 mL de ácido clorhídrico en 100.0 mL de muestra en un beaker de 250.0 mL

2. Calentar y dejar ebullición durante 10 minutos
3. Enfriar y filtrar utilizando papel whatman N°42 en un balón volumétrico de 100.0 mL
4. Llevar a volumen de 100.0 mL utilizando agua bidestilada.

### **Preparación de la curva estándar de Plomo**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, las alícuotas necesarias para la preparación de los estándares de concentración de 2, 5, 10 y 20 ppb que serán utilizados para la elaboración de la curva de calibración. (ver cálculos en Anexo N°8)
3. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

### **Preparación de la muestra de agua**

1. Agregar 150 µl de la muestra pre-tratada.
2. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio  $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$  a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada (celda de dilución del equipo).

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

#### **4.4.2.1 Parámetros de desempeño del método Espectrofotométrico en Absorción Atómica por Horno de Grafito**

Según la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), se evaluaron siete parámetros de desempeño ya que es un método no normalizado, a continuación, se detallan cada uno de los parámetros de desempeño.

- **Intervalo lineal**

**Preparación de los estándares de Plomo**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en Anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, las alícuotas necesarias para la preparación de los estándares de concentración de 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de Plomo (Pb). (ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60 µL de ácido nítrico (1:1) y 60 µL de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µL usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

Se leyeron por triplicados las muestras de los estándares de plomo cuyas concentraciones son: 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de Plomo (Pb) ver anexo N°9, posteriormente se hicieron los cálculos correspondientes.

El criterio de aceptación para cumplimiento del Intervalo lineal es:

$$r^2 \geq 0.98$$

El IC ( $\beta_1$ ) no debe incluir el cero.

- **Intervalo de trabajo**

Para la realización de esta prueba se realizó lo siguiente:

Se prepararon cinco niveles de concentración de estándar de Plomo (Pb) y cada nivel por triplicado (Ver Cálculo en anexo N°8).

**Tabla N°2** Concentración de estándares del Intervalo de trabajo

Nivel	Concentración (ppb)
80%	8
90%	9
100%	10
110%	11
120%	12

Se realizó la cuantificación de plomo (Pb), según el procedimiento del método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito y se leyeron las muestras (Ver Anexo N°10).

Posteriormente se realizaron los cálculos correspondientes al intervalo de trabajo en una hoja de Excel diseñada para ese fin.

Los criterios de aceptación para cumplimiento del intervalo de trabajo son:

$$r^2 \geq 0.95$$

El IC ( $\beta_0$ ) debe incluir el cero

El CV y/x del porcentaje de recobro, no debe ser mayor del 3% por ser método espectrofotométrico.

#### - **Exactitud**

Se prepararon tres niveles: Bajo, medio y alto. (Ver procedimiento en Anexo N°11)

#### **Nivel Bajo (80%)**

Se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 8.0 ppb de Plomo (Pb), utilizando agua de manantial, con la intención que con el agua se incorpore algunos elementos característicos a las matrices (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros).

#### **Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo. (ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60  $\mu$ l de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu$ l de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu$ l usando agua de manantial.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Medio (100%)**

Se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración 10 ppb de Plomo (Pb), utilizando agua de manantial, con la intención que con el agua se incorpore algunos elementos característicos a las matrices de muestras de agua (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros).

**Preparación de la estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo. (ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua de manantial.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Alto (120%)**

Se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb de Plomo (Pb), utilizando agua de manantial, con la intención que con el agua se incorpore algunos elementos característicos a las matrices de las muestras (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros).

**Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo. (Ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua de manantial.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

$$\% R = \frac{\text{cantidad recuperada}}{\text{cantidad adicionada}} \times 100$$

Los criterios de aceptación para cumplimiento de la exactitud son:

CV  $\leq$  3 % para método espectrofotométrico.

El IC ( $\mu$ ) para método espectrofotométrico es (97 -103%)

- **Precisión: Repetibilidad y Precisión Intermedia**
- **Repetibilidad**

La prueba de repetibilidad del método se realizó en una misma muestra de agua en el cual se determinó la cantidad de Plomo (Pb) y se hicieron 6 repeticiones por cada nivel (bajo, medio y alto), manteniendo las siguientes condiciones de análisis: mismo analista, mismo día, mismo equipo y mismos instrumentos; las lecturas de las absorbancias se realizaron en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica por horno de grafito, y luego se procedió a calcular el coeficiente de variación. (Ver esquema de preparación en Anexo N°12)

### **Nivel Bajo (80%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb de Plomo (Pb), utilizando agua bidestilada.

### **Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo. (Ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60  $\mu$ l de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu$ l de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu$ l usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Medio (100%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración de 10 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo. (ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Alto (120%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo. (Ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60 µL de ácido nítrico (1:1) y 60 µL de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Preparación de las muestras de análisis**

**Nivel Bajo (80%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 120  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 8 ppb de Plomo.
2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Medio (100%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por Sextuplicado la muestra a una concentración de 10 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 150  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 10 ppb de Plomo.
2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Alto (120%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 180  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 12 ppb de Plomo.

2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

#### - **Precisión Intermedia**

En una misma muestra de agua se determinó la cantidad de Plomo (Pb) y se hicieron 6 repeticiones por cada nivel (bajo, medio y alto), manteniendo las siguientes condiciones de análisis: diferentes analistas y en distintos días, se leyeron las absorbancias de las muestras en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica, y se realizó el cálculo de coeficiente de variación. (Ver esquema de preparación en Anexo N°13)

#### **Nivel Bajo (80%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

#### **Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo. (Ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

#### **Nivel Medio (100%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por Sextuplicado la muestra a una concentración de 10.0 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo. (ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60  $\mu$ L de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu$ L de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu$ L usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Alto (120%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Pb, llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación del estándar:**

1. Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb. (Ver en anexo N°7)
2. Tomar de la solución stock de Pb 40 ppb, la alícuota necesaria para la preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo. (Ver cálculos en anexo N°8)
3. Añadir 60  $\mu$ L de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu$ L de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu$ L usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 2 y 3 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Preparación de las muestras de análisis****Nivel Bajo (80%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 120  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 8 ppb de Plomo.
2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Medio (100%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por Sextuplicado la muestra a una concentración de 10 ppb de Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 150  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 10 ppb de Plomo.
2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

**Nivel Alto (120%)**

Para la realización de esta prueba, se preparó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Plomo (Pb), llevando a volumen con agua bidestilada.

**Preparación de la muestra:**

1. Tomar una alícuota de 180  $\mu\text{L}$  de la muestra de agua para una concentración de 12 ppb de Plomo.
2. Añadir 60  $\mu\text{L}$  de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600  $\mu\text{L}$  usando agua bidestilada.

Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1

Los criterios de aceptación para cumplimiento de la precisión son:

$CV \leq 3 \%$  para método espectrofotométrico

El análisis de la variación de la (ANOVA) de los datos.

#### - **Límite de cuantificación**

Para la realización del límite de cuantificación, se leyeron las absorbancias de los estándares de Plomo (Pb) de concentración: 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de Plomo (Pb), así mismo se leyeron las absorbancias de 5 blancos y se hicieron los cálculos correspondientes. (Ver procedimiento en Anexo N°14)

#### - **Robustez**

En el método existen ciertas etapas que, si no se realizan con cuidado, tendrán un efecto significativo en el desempeño e incluso puede resultar que el método no funcione en absoluto. Para dicho parámetro se realizaron una serie de modificaciones y se verificaron al menos 7 variables conforme a la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2, que son críticas en el análisis de Plomo (Pb).

Las 7 variables a las que se le realizaron modificaciones se presentan a continuación:

1. Cambiar el ácido clorhídrico por ácido nítrico, utilizado durante el proceso de pretratamiento de la muestra.
2. Utilizar el doble de la cantidad de ácido clorhídrico, durante el proceso de pretratamiento de la muestra.
3. No Agregar el modificador de matriz. (Solución de Nitrato de Paladio)
4. Agregar 120  $\mu\text{L}$  de solución de Nitrato de Paladio que es el doble de la cantidad de modificador de matriz
5. Agregar 30  $\mu\text{L}$  que es la mitad de la cantidad de modificador de matriz. (Solución de Nitrato de Paladio)
6. Agregar una concentración de 1000 ppm de sodio en la muestra, ya que este es uno de los interferentes de la determinación.
7. Agregar una concentración de 1500 ppm de sodio en la muestra.

Se prepararon las muestras por duplicado y se sometieron a cada una de las modificaciones descritas anteriormente.

Posteriormente se hizo una comparación de los resultados para identificar las variables en el método que tienen el efecto más significativo y garantizar que, cuando se utiliza el método, estas se encuentran controladas.

El criterio de aceptación para cumplimiento de la robustez es:  
 $|di| \leq 3\%$  para método espectrofotométrico

#### 4.4.3 Diseño de las hojas de cálculo de cada uno de los parámetros de desempeño.

Se elaboraron unas hojas de cálculo para cada parámetro de desempeño utilizado en la parte experimental en la cual incluye la fecha de análisis, nombre de la muestra y los resultados obtenidos ver formato en anexo N°15

Para dar tratamiento estadístico a los requisitos obtenidos en la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por horno de grafito, se utilizan las siguientes ecuaciones para cada parámetro de desempeño:

##### Intervalo lineal

Fórmulas matemáticas a utilizar para las hojas de cálculo:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b_1 \sum xy - b_0 \sum y}{n - 2}}$$

$$S_{b_1} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$IC(\beta_1) = b_1 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_1}$$

En donde:

$S_{\frac{y}{x}}$  = desviación estándar de regresión

$S_{b_1}$  = desviación estándar de la pendiente

$IC(\beta_1)$  = intervalo de confianza de la pendiente poblacional

$r^2$  = Coeficiente de regresión lineal

## Intervalo de trabajo

Fórmulas matemáticas a utilizar:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b_1 \sum xy - b_0 \sum y}{n-2}}$$

$$S_{bo} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(\bar{X})^2}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$IC(\beta_o) = b_o \pm t_{0.975, n-2} S_{bo}$$

$$CV_{y/x} = \frac{S_{y/x}}{\bar{y}} \times 100$$

En donde:

$S_{y/x}$  = desviación estándar de regresión

$S_{b1}$  = desviación estándar de la pendiente

$IC \beta_1$  = intervalo de confianza de la pendiente poblacional

$S_{bo}$  = desviación estándar de la ordenada al origen

$IC \beta_o$  = intervalo de confianza para la ordenada al origen poblacional

$CV_{y/x}$  = coeficiente de variación de regresión

$r^2$  = Coeficiente de regresión lineal

## Exactitud

Fórmulas matemáticas a utilizar:

$$S = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$CV = \frac{S}{\bar{y}} \times 100$$

$$IC(\mu) = \bar{y} \pm t_{0.975, n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}$$

En donde:

S= desviación estándar por

CV= coeficiente de variación

IC  $\mu$  = intervalo de confianza para la media poblacional

### **Repetibilidad**

Fórmulas matemáticas a utilizar:

$$S = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$CV = \frac{S}{\bar{y}} \times 100$$

En donde:

S = Desviación estándar.

CV = coeficiente de variación.

$\bar{y}$  = media aritmética de y

n= según el número de repeticiones por cada nivel.

### **Precisión intermedia**

Fórmulas matemáticas a utilizar:

$$S = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$$

$$CV = \frac{S}{\bar{y}} \times 100$$

En donde:

S = Desviación estándar.

CV = coeficiente de variación.

$\bar{y}$  = media aritmética de y

n= según el número de repeticiones por cada nivel.

Fórmulas para la varianza ANOVA

**Tabla N°3** Ecuaciones de varianza ANOVA

Fuente	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Varianza	$F_{cal}$
Entre laboratorios	$SS_{lab} = \sum_{k=1}^K n_k (\bar{x}_k - \bar{\bar{x}})^2$	$K - 1$	$MS_{lab} = \frac{SS_{lab}}{K - 1}$	$F = \frac{MS_{lab}}{MS_R}$
Dentro de los laboratorios	$SS_R = \sum_{k=1}^K \sum_{j=1}^{n_k} (x_{kj} - \bar{x}_k)^2$	$N - K$	$MS_R = \frac{SS_R}{N - K}$	
Total	$SS_T = \sum_{k=1}^K \sum_{j=1}^{n_k} (x_{kj} - \bar{\bar{x}})^2$	$N - 1$	$MS_T = \frac{SS_T}{N - 1}$	

### Límite de cuantificación

Fórmula matemática a utilizar:

$$LC = \frac{10 \cdot sb_0}{m}$$

En donde:

m= Pendiente

### Robustez

Fórmula matemática a utilizar:

Media Aritmética para la condición normal:

$$\bar{y}_0 = \frac{\sum y_0}{n_0}$$

Media Aritmética para las condiciones de operaciones diferentes:

$$\bar{y}_1 = \frac{\sum y_1}{n_1}$$

$$|di| = (\bar{y}_1 - \bar{y}_0) * 100\%$$

En donde:

$\bar{y}_0$  = Media aritmética de  $y_0$

$n_0$  = Numero de muestra en condición normal

$\bar{y}_1$  = Media aritmética de  $y_1$

$n_1$  = Numero de muestras en condiciones diferentes de operación.

#### **4.4.4. Elaboración del informe de validación de los parámetros de desempeño con sus respectivos resultados y criterios de aceptación**

Para la elaboración del informe final de la determinación de Plomo (Pb) en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica se tomó como base la guía G 9.2 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), Versión 2, Aprobado el 2017/05/23 y los requerimientos internos del Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador. (Ver Anexo N°16)

Las partes que contendrá el informe son:

- Hacer referencia al protocolo utilizado
- Parámetros validados y criterio de aceptación
- Resultados Analíticos y estadísticos
- Interpretación de resultados y conclusiones
- Cuadro resumen de los resultados obtenidos (parámetro, criterio, resultados)
- Declaración de Aptitud del Método (Dictamen)
- Datos crudos de validación

## **CAPITULO V**

### **RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS**

## V. RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

### 5.1 Establecimiento del protocolo de validación para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica

A continuación, se presenta el protocolo de parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica:

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 2 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>1. OBJETIVO</b></p> <p>Realizar los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica de horno de grafito por el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador.</p> <p><b>2. ALCANCE</b></p> <p>Este protocolo de parámetros de desempeño solo es para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica de horno de grafito</p> <p><b>3. RESPONSABLE</b></p> <p>Los responsables de la aplicación de este protocolo de parámetros de desempeño son los jefes y los químicos analistas de Laboratorio Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador</p> <p><b>4. PARÁMETROS A ESTUDIAR Y LOS CORRESPONDIENTES CRITERIOS DE ACEPTACION</b></p> <p>- Intervalo lineal</p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de Intervalo lineal son:</p>		

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 3 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><math>r^2 \geq 0.98</math>  El IC (<math>\beta_1</math>) no debe incluir el cero.</p> <p><b>- Intervalo de trabajo</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento del Intervalo de trabajo son:</p> <p><math>r^2 \geq 0.95</math>  El IC (<math>\beta_0</math>) debe incluir el cero  El CV y/x del porcentaje de recobro, no debe ser mayor del 3% por ser método espectrofotométrico.</p> <p><b>- Exactitud</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la exactitud son:</p> <p><math>CV \leq 3 \%</math> para método espectrofotométrico.  El IC (<math>\mu</math>) para método espectrofotométrico es (97 -103%)</p> <p><b>- Repetibilidad</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la repetibilidad son:</p> <p><math>CV \leq 3 \%</math> para método espectrofotométrico</p> <p><b>- Precisión intermedia</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la precisión son:</p> <p><math>CV \leq 3 \%</math> para método espectrofotométrico  Análisis de Varianza ANOVA</p> <p><b>- Límite de cuantificación</b></p> <p>Segundo dato obtenido en el proceso estadístico.</p>		

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 4 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>- Robustez</b></p> <p>El criterio de aceptación para cumplimiento de la robustez es:  <math> d_i  \leq 3\%</math> para método espectrofotométrico</p> <p><b>5. MUESTRA</b></p> <p>Muestras de aguas superficiales seleccionadas en Hacienda San Diego con el propósito de realizar las evaluaciones de parámetros de desempeño del método Espectrofotometría de Absorción Atómica.</p> <p><b>6. EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA INVOLUCRADOS EN LA VALIDACION</b></p> <p><b>6.1 Equipos</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Balanza analítica Shimadzu D307038400</li> <li>- Hot plate Corning</li> <li>- Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AA7000 (12050-2910-340-0001)</li> </ul> <p><b>6.2 Reactivos</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Ácido nítrico (<math>\text{HNO}_3</math>) 65% (Merck Lot. K45509056415, Vence: 12/2022)</li> <li>- Ácido clorhídrico (HCl) 37% (Merck, Vence: 05/2023)</li> <li>- Agua bidestilada (<math>\text{H}_2\text{O}</math>)</li> <li>- Solución de nitrato de paladio (II) (<math>\text{Pd}(\text{NO}_3)_2</math>) (10 <math>\mu\text{g}</math> /mL) (Alfa Aesar, Lot. J18X023; Vence: 10/2022)</li> <li>- Solución estándar de plomo (Pb) (1000 <math>\mu\text{g}</math>/mL) (Merck Lot. HC72674776; Vence: 07/2022)</li> <li>- Solución estándar stock de plomo (Pb) (40 <math>\mu\text{g}</math> Pb/L)</li> <li>- Ácido clorhídrico (HCl) (1:1)</li> <li>- Ácido nítrico (<math>\text{HNO}_3</math>) (1:1)</li> </ul> <p><b>6.3 Materiales e insumos</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Balón volumétrico de 100.0 mL</li> </ul>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>																		
		<b>PAGINAS 5 DE 19</b>																		
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>																				
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Balón volumétrico de 200.0 mL</li> <li>- Balón volumétrico de 500.0 mL</li> <li>- Embudos de filtración plásticos</li> <li>- Pipetas volumétricas de 5.0 mL</li> <li>- Pipetas volumétricas de 4.0 mL</li> <li>- Pipetas volumétricas de 20.0 mL</li> <li>- Probeta de 100 mL</li> <li>- Vaso de precipitado de 100 MI</li> <li>- Celdas del equipo</li> <li>- Punta de agujas de inyección</li> <li>- Vaso de precipitado de 250 mL</li> <li>- Agitador</li> <li>- Perilla</li> <li>- Watman N° 42</li> </ul>																				
<b>6.4 Preparación de estándar</b>																				
<b>Preparación de la curva estándar de Plomo.</b>																				
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución comercial de 1000 ppm Pb.</li> <li>- Preparar una curva de calibración a las siguientes concentraciones:</li> </ul>																				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th style="padding: 5px;"><b>Cantidad a preparar</b></th> <th style="padding: 5px;"><b>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de plomo</b></th> <th style="padding: 5px;"><b>ppb de plomo obtenido</b></th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="padding: 5px;">600 µL</td> <td style="padding: 5px;">30 µL</td> <td style="padding: 5px;">2 ppb</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">600 µL</td> <td style="padding: 5px;">75 µL</td> <td style="padding: 5px;">5 ppb</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">600 µL</td> <td style="padding: 5px;">150 µL</td> <td style="padding: 5px;">10 ppb</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">600 µL</td> <td style="padding: 5px;">225 µL</td> <td style="padding: 5px;">15 ppb</td> </tr> <tr> <td style="padding: 5px;">600 µL</td> <td style="padding: 5px;">300 µL</td> <td style="padding: 5px;">20 ppb</td> </tr> </tbody> </table>			<b>Cantidad a preparar</b>	<b>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de plomo</b>	<b>ppb de plomo obtenido</b>	600 µL	30 µL	2 ppb	600 µL	75 µL	5 ppb	600 µL	150 µL	10 ppb	600 µL	225 µL	15 ppb	600 µL	300 µL	20 ppb
<b>Cantidad a preparar</b>	<b>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de plomo</b>	<b>ppb de plomo obtenido</b>																		
600 µL	30 µL	2 ppb																		
600 µL	75 µL	5 ppb																		
600 µL	150 µL	10 ppb																		
600 µL	225 µL	15 ppb																		
600 µL	300 µL	20 ppb																		
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µL de ácido nítrico (1:1) y 60 µL de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua bidestilada.</li> </ul>																				

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 6 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>6.5 Preparación de reactivos</b></p>		
<p><b>Solución estándar de Plomo (Pb) de 1000 ppb</b></p>		
<p>Medir 1.0 mL de estándar de Plomo (Pb) que se encuentra a 1000 ppm, incorporar a un balón volumétrico de 1000.0 mL, llevar a volumen con agua bidestilada.</p>		
<p><b>Solución estándar stock de plomo (40 µg Pb/L):</b></p>		
<p>Medir con pipeta volumétrica 4 mL de estándar de Plomo (Pb) que se encuentra a 1000 ppb, incorporar a un balón volumétrico de 100.0 mL, llevar a volumen con agua bidestilada.</p>		
<p><b>Solución de Nitrato de Paladio (II) (10 µg Pd/ mL)</b></p>		
<p>Disolver 0.108 g de nitrato de paladio en 10.0 mL de ácido nítrico (1:1) y después llevar a 500.0 mL con agua bidestilada, Tomar 20 ml de esta solución y llevar a volumen de 200.0 ml utilizando agua bidestilada.</p>		
<p><b>Acido nítrico (1:1)</b></p>		
<p>Medir 50.0 mL de ácido nítrico concentrado agregarlo en un balón volumétrico de 100.0 mL que contenga 30.0 mL de agua bidestilada, llevar a volumen con agua bidestilada.</p>		
<p><b>Acido clorhídrico (1:1)</b></p>		
<p>Medir 100.0 mL de ácido nítrico concentrado agregarlo en un balón volumétrico de 200.0 mL que contenga 70.0 mL de agua bidestilada, llevar a volumen con agua bidestilada.</p>		
<p><b>6.4 Preparación de las muestras</b></p>		
<p><b>Pre-tratamiento de la muestra.</b></p>		
<p><b>Digestión con ácido clorhídrico concentrado.</b></p>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Agregar 5.0 mL de ácido clorhídrico en 100.0 mL de muestra.</li> <li>- Calentar y dejar ebulir durante 10 minutos.</li> <li>- Dejar enfriar y filtrar utilizando papel whatman N°42 en un balón volumétrico de 100 mL.</li> <li>- Llevar a volumen de 100.0 mL utilizando agua bidestilada.</li> </ul>		

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>																		
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 7 DE 19</b></p>																		
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>																				
<p><b>Preparación de la muestra de agua.</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Tomar 150 <math>\mu\text{L}</math> de la muestra pre-tratada.</li> <li>- Añadir 60 <math>\mu\text{L}</math> de ácido nítrico y 60 <math>\mu\text{L}</math> de solución de Nitrato de Paladio y luego llevar a volumen 600 <math>\mu\text{L}</math> usando agua bidestilada (celda de dilución del equipo).</li> </ul> <p><b>7. PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR</b></p> <p><b>Intervalo lineal.</b>  Para realizar esta prueba, se dará lecturas por triplicado a los estándares de plomo con concentración de: 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de Plomo (Pb), por Espectrofotometría, posteriormente se hicieron los cálculos correspondientes.</p> <p><b>Preparación de los estándares.</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparar una curva de calibración a las siguientes concentraciones:</li> </ul> <table border="1" data-bbox="399 1373 1320 1682" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Cantidad a preparar</th> <th>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th>ppb de plomo obtenido</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>600 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>30 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>2 ppb</td> </tr> <tr> <td>600 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>75 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>5 ppb</td> </tr> <tr> <td>600 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>150 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>10 ppb</td> </tr> <tr> <td>600 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>225 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>15 ppb</td> </tr> <tr> <td>600 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>300 <math>\mu\text{L}</math></td> <td>20 ppb</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 <math>\mu\text{L}</math> de ácido nítrico (1:1) y 60 <math>\mu\text{L}</math> de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua bidestilada.</li> </ul> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento del intervalo lineal son:</p>			Cantidad a preparar	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	ppb de plomo obtenido	600 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	2 ppb	600 $\mu\text{L}$	75 $\mu\text{L}$	5 ppb	600 $\mu\text{L}$	150 $\mu\text{L}$	10 ppb	600 $\mu\text{L}$	225 $\mu\text{L}$	15 ppb	600 $\mu\text{L}$	300 $\mu\text{L}$	20 ppb
Cantidad a preparar	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	ppb de plomo obtenido																		
600 $\mu\text{L}$	30 $\mu\text{L}$	2 ppb																		
600 $\mu\text{L}$	75 $\mu\text{L}$	5 ppb																		
600 $\mu\text{L}$	150 $\mu\text{L}$	10 ppb																		
600 $\mu\text{L}$	225 $\mu\text{L}$	15 ppb																		
600 $\mu\text{L}$	300 $\mu\text{L}$	20 ppb																		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>
		<b>PAGINAS 8 DE 19</b>

**PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA**

$$r^2 \geq 0.98$$

El IC ( $\beta_1$ ) no debe incluir el cero

Fórmulas matemáticas a utilizar:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b_1 \sum xy - b_0 \sum y}{n - 2}}$$

$$S_{b_1} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$IC(\beta_1) = b_1 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_1}$$

**Intervalo de trabajo**

Para realizar esta prueba se realizó lo siguiente:

Se realizó cinco niveles de concentración de estándar de Plomo (Pb) y se hicieron por triplicado cada nivel, por Espectrofotometría de Absorción Atómica de Horno de Grafito.

Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)
80%	120 $\mu$ l	8
90%	135 $\mu$ l	9
100%	150 $\mu$ l	10
110%	165 $\mu$ l	11
120%	180 $\mu$ l	12

- Añadir 60  $\mu$ l de ácido nítrico (1:1) y 60  $\mu$ l de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua bidestilada.

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>		<b>PAGINAS 9 DE 19</b>
<p>Los criterios de aceptación para cumplimiento del Intervalo de trabajo son:</p> <p><math>r^2 \geq 0.95</math>  El IC (<math>\beta_0</math>) debe incluir el cero  El CV <math>y/x</math> del porcentaje de recobro, no debe ser mayor del 3% por ser método espectrofotométrico.</p> <p>Fórmulas matemáticas a utilizar:</p> $S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b_1 \sum xy - b_0 \sum y}{n - 2}}$ $S_{b_0} = \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(\bar{x})^2}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$ $IC(\beta_0) = b_0 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_0}$ $CV_{y/x} = \frac{S_{y/x}}{\bar{y}} \times 100$ <p><b>Exactitud</b></p> <p>Se determino la exactitud del método por espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, para ello se analizaron tres niveles: Bajo, medio y alto.</p> <p><b>Nivel Bajo (80%)</b></p> <p>Se realizó por triplicado la muestra a una concentración de 8 ppb Pb, utilizando agua de manantial para prepararlas, con la intención se incorpore algunos elementos característicos a las matrices de muestras de agua (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros). Por Espectrofotometría de Absorción Atómica.</p>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>												
		<b>PAGINAS 10 DE 19</b>												
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>														
<p>Preparación de la muestra:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Nivel</th> <th>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th>Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;"><b>80%</b></td> <td style="text-align: center;">120 µl</td> <td style="text-align: center;">8</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de manantial.</li> </ul> <p><b>Nivel Medio (100%)</b></p> <p>Se realizó por Sextuplicado la muestra a una concentración 10 ppb de Plomo (Pb), por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, llevar a volumen con agua de manantial para prepararlas, con la intención se incorpore algunos elementos característicos a las matrices de muestras de agua (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul> <table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th>Nivel</th> <th>Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th>Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;"><b>100%</b></td> <td style="text-align: center;">150 µl</td> <td style="text-align: center;">10</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de manantial.</li> </ul>			Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	<b>80%</b>	120 µl	8	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	<b>100%</b>	150 µl	10
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)												
<b>80%</b>	120 µl	8												
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)												
<b>100%</b>	150 µl	10												

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>						
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>		<b>PAGINAS 11 DE 19</b>						
<p><b>Nivel Alto (120%)</b></p> <p>Se realizó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Pb, utilizando agua de manantial para prepararlas, con la intención se incorpore algunos elementos característicos a las matrices de muestras de agua (Por Ejemplo: Sodio (Na), Calcio (Ca), Potasio (K), entre otros). Por Espectrofotometría de Absorción Atómica.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul> <table border="1" data-bbox="469 1102 1268 1209" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Nivel</th> <th style="text-align: center;">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th style="text-align: center;">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">120%</td> <td style="text-align: center;">180 µl</td> <td style="text-align: center;">12</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de manantial.</li> </ul> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la exactitud son:</p> <p>CV ≤ 3 % para método espectrofotométrico.  El IC (µ) para método espectrofotométrico es (97 -103%)</p> <p>Fórmulas matemáticas a utilizar:</p> $\% R = \frac{\text{cantidad recuperada}}{\text{cantidad adicionada}} \times 100$ $S = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$			Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	120%	180 µl	12
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
120%	180 µl	12						

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>						
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 12 DE 19</b></p>						
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>								
<div style="text-align: center;"> <math display="block">CV = \frac{S}{\bar{y}} \times 100</math> <math display="block">IC (\mu) = \bar{y} \pm t_{0.975, n-1} \frac{S}{\sqrt{n}}</math> </div> <p><b>Precisión: Repetibilidad y Precisión Intermedia</b></p> <p><b>Repetibilidad</b></p> <p>Se determino la repetibilidad del método Espectrofotometría de Absorción Atómica para ello en una misma muestra de agua se determinan la cantidad de Plomo (Pb) y se hicieron 6 repeticiones por cada nivel (bajo, medio y alto), manteniendo las siguientes condiciones del análisis: mismo analista, mismo día, mismo equipo y mismos instrumentos; se leen las absorbancias en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica, y luego se realizan los cálculos de coeficiente de variación.</p> <p><b>Nivel Bajo (80%)</b></p> <p>Se realizó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb Pb, utilizando agua bidestilada para prepararlas, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul> <table border="1" data-bbox="451 1600 1317 1709" style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Nivel</th> <th style="text-align: center;">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th style="text-align: center;">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">80%</td> <td style="text-align: center;">120 µl</td> <td style="text-align: center;">8</td> </tr> </tbody> </table> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de bidestilada.</li> </ul>			Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	80%	120 µl	8
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
80%	120 µl	8						

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>						
		<b>PAGINAS 13 DE 19</b>						
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>								
<b>Nivel Medio (100%)</b>								
<p>Se realizó por Sextuplicado la muestra a una concentración 10 ppb de Plomo (Pb), por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, llevando a volumen con agua bidestilada.</p>								
<p>Preparación de la muestra:</p>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul>								
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Nivel</th> <th style="text-align: center;">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th style="text-align: center;">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">100%</td> <td style="text-align: center;">150 µl</td> <td style="text-align: center;">10</td> </tr> </tbody> </table>	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	100%	150 µl	10		
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
100%	150 µl	10						
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de bidestilada.</li> </ul>								
<b>Nivel Alto (120%)</b>								
<p>Se realizó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Pb, utilizando agua bidestilada, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p>								
<p>Preparación de la muestra:</p>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb</li> <li>- Preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul>								
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Nivel</th> <th style="text-align: center;">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th style="text-align: center;">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">120%</td> <td style="text-align: center;">180 µl</td> <td style="text-align: center;">12</td> </tr> </tbody> </table>	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	120%	180 µl	12		
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
120%	180 µl	12						
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua bidestilada.</li> </ul>								

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 14 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>Parte experimental de las muestras</b></p> <p><b>Nivel Bajo (80%)</b>  Se realizó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb de Plomo (Pb), utilizando agua bidestilada para prepararlas, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Tomar una alícuota de 120 µL de la muestra de agua para una concentración de 8 ppb de Plomo.</li> <li>2. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada.</li> </ol> <p>Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1</p> <p><b>Nivel Medio (100%)</b>  Se realizó por Sextuplicado la muestra a una concentración 10 ppb de Plomo (Pb), por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, llevando a volumen con agua bidestilada.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Tomar una alícuota de 150 µL de la muestra de agua para una concentración de 10 ppb de Plomo.</li> <li>2. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada.</li> </ol> <p>Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1</p>		

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 15 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>Nivel Alto (120%)</b>  Se realizó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Plomo (Pb), utilizando agua bidestilada, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Tomar una alícuota de 180 µL de la muestra de agua para una concentración de 12 ppb de Plomo.</li> <li>2. Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada una de las soluciones para que tenga la misma concentración de ácido; llevar a volumen 600 µl usando agua bidestilada.</li> </ol> <p>Nota aclaratoria: En el paso 1 y 2 lo realiza el equipo, se programa para que haga las respectivas diluciones en la celda de dilución. Observar anexo N° 1</p> <p><b>Precisión Intermedia</b></p> <p>Se determino la precisión intermedia por método espectrofotometría de Absorción Atómica para ello en una misma muestra de agua se determinó la cantidad de Plomo y se hicieron 6 repeticiones por cada nivel (bajo, medio y alto), manteniendo las siguientes condiciones del análisis: diferentes analistas y en distintos días, se leerán las absorbancias de las muestras en el espectrofotómetro de Absorción Atómica por Horno de Grafito, y se realizó el cálculo de coeficiente de variación.</p> <p><b>Nivel Bajo (80%)</b>  Se realizó por sextuplicado la muestra a una concentración de 8 ppb Pb, utilizando agua bidestilada para prepararlas, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p> <p>Preparación de la muestra:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> </ul>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>						
		<b>PAGINAS 16 DE 19</b>						
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparación del estándar de concentración de 8 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul>								
<table border="1" style="width: 100%; text-align: center;"> <thead> <tr> <th data-bbox="449 709 599 779">Nivel</th> <th data-bbox="599 709 1052 779">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th data-bbox="1052 709 1317 779">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="449 779 599 821">80%</td> <td data-bbox="599 779 1052 821">120 µl</td> <td data-bbox="1052 779 1317 821">8</td> </tr> </tbody> </table>	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	80%	120 µl	8		
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
80%	120 µl	8						
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de bidestilada.</li> </ul>								
<b>Nivel Medio (100%)</b>								
<p>Para la realización de esta prueba, se realizó por Sextuplicado la muestra a una concentración 10 ppb de Plomo (Pb), por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, llevar a volumen con agua bidestilada.</p>								
<p>Preparación de la muestra:</p>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> </ul>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparación del estándar de concentración de 10 ppb de Plomo (Pb):</li> </ul>								
<table border="1" style="width: 100%; text-align: center;"> <thead> <tr> <th data-bbox="412 1346 526 1415">Nivel</th> <th data-bbox="526 1346 972 1415">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th data-bbox="972 1346 1240 1415">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="412 1415 526 1457">100%</td> <td data-bbox="526 1415 972 1457">150 µl</td> <td data-bbox="972 1415 1240 1457">10</td> </tr> </tbody> </table>	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	100%	150 µl	10		
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
100%	150 µl	10						
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua de bidestilada.</li> </ul>								
<b>Nivel Alto (120%)</b>								
<p>Para la realización de esta prueba, se realizó por triplicado la muestra a una concentración de 12 ppb Pb, utilizando agua bidestilada, por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito.</p>								
<p>Preparación de la muestra:</p>								
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Preparar una solución stock de Pb 40 ppb a partir de una solución de Plomo (Pb) de 1000 ppb Pb.</li> </ul>								

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>						
		<b>PAGINAS 17 DE 19</b>						
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>								
<p>- Preparación del estándar de concentración de 12 ppb de Plomo (Pb):</p>								
<table border="1" style="width: 100%; text-align: center;"> <thead> <tr> <th data-bbox="464 730 529 758">Nivel</th> <th data-bbox="613 716 1003 779">Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)</th> <th data-bbox="1073 716 1263 779">Concentración (ppb)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td data-bbox="464 785 529 812">120%</td> <td data-bbox="792 785 857 812">180 µl</td> <td data-bbox="1149 785 1187 812">12</td> </tr> </tbody> </table>	Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)	120%	180 µl	12		
Nivel	Alícuota a tomar de la solución stock de 40 ppb de Plomo (Pb)	Concentración (ppb)						
120%	180 µl	12						
<p>- Añadir 60 µl de ácido nítrico (1:1) y 60 µl de solución de Nitrato de Paladio a cada uno; llevar a volumen con agua bidestilada.</p>								
<p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la precisión son:</p>								
<p>CV ≤ 3 % para método espectrofotométrico</p>								
<p>Análisis de Varianza Anova</p>								
<p>Fórmulas matemáticas a utilizar:</p>								
$S = \sqrt{\frac{n(\sum y^2) - (\sum y)^2}{n(n-1)}}$								
$CV = \frac{S}{y} \times 100$								
<p><b>Límite de cuantificación.</b></p>								
<p>Para la realización del límite de cuantificación, se leen las absorbancias de los estándares de plomo de concentración: 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de Plomo (Pb) en un Espectrofotómetro, así mismo se lee las absorbancias de 5 blancos y se hace los cálculos correspondientes.</p>								
<p>Fórmula matemática a utilizar:</p>								
$LC = \frac{10 * sb_0}{m}$								

	<p style="text-align: center;"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	<p style="text-align: center;"><b>CODIGO</b>  <b>QAG-012021</b></p>
		<p style="text-align: center;"><b>PAGINAS 18 DE 19</b></p>
<p><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<p><b>Robustez</b></p> <p>En el método habrá ciertas etapas que, si no se realizan con suficientemente cuidado, tendrán un efecto significativo en el desempeño del método e incluso puede resultar que el método no funciona en absoluto. Para dicho parámetro se realizó una serie de modificaciones que son críticas en el análisis de Plomo (Pb) para ello se modificaron siete aspectos del procedimiento, como cantidades de reactivos y adición de algunos interferentes conocidos para la determinación de Plomo (Pb).</p> <p>Las 7 variables a realizar son las siguientes:</p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Cambiar el ácido clorhídrico por ácido nítrico, utilizado durante el proceso de pretratamiento de la muestra.</li> <li>2. Utilizar el doble de la cantidad de ácido clorhídrico, utilizado durante el proceso de pretratamiento de la muestra.</li> <li>3. No utilizar la solución de nitrato de paladio que es el modificador de matriz</li> <li>4. Agregar 120 µL de solución de nitrato de paladio que es el doble de la cantidad de modificador de matriz.</li> <li>5. Agregar 30 µL de solución de nitrato de paladio que es la mitad del modificador de matriz.</li> <li>6. Agregar una concentración de 1000 ppm de Sodio (Na) en la muestra, ya que este es uno de los interferentes de la determinación.</li> <li>7. Agregar una concentración de 1500 ppm de Sodio (Na) en la muestra.</li> </ol> <p>Preparar las muestras por duplicado y se realiza cada una de las modificaciones descritas anteriormente.</p> <p>Posteriormente se realiza una comparación de los resultados para identificar las variables en el método que tienen el efecto más significativo y garantizar que, cuando se utiliza el método, están controladas estrictamente.</p> <p>El criterio de aceptación para cumplimiento de la robustez es:  <math>I_{di} \leq 3\%</math> para método espectrofotométrico</p> <p>Fórmula matemática a utilizar:</p> <p>Media Aritmética para la condición normal:</p>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	<b>CODIGO</b> <b>QAG-012021</b>
		<b>PAGINAS 19 DE 19</b>
<b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA.</b>		
$\bar{y}_o = \frac{\sum y_o}{n_o}$ <p>Media Aritmética para las condiciones de operaciones diferentes:</p> $\bar{y}_1 = \frac{\sum y_1}{n_1}$ $ di  = (\bar{y}_1 - \bar{y}_o) * 100\%$ <p>En donde:</p> <p><math>\bar{y}_o</math> = Media aritmética de <math>y_o</math>  <math>n_o</math> = Numero de muestra en condición normal  <math>\bar{y}_1</math> = Media aritmética de <math>y_1</math>  <math>n_1</math> = Numero de muestras en condiciones diferentes de operación.</p> <p><b>8. REFERENCIA DEL METODO ANALÍTICO A VALIDAR</b></p> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Estándar Industrial Japonés JIS K-102-1993 Métodos de pruebas para aguas de desecho industrial. Estándar Ambiental concerniente a la contaminación del agua</li> <li>2. R. D. Ediger, (1975), "AA Analysis with the Graphite Furnace Using Matrix Modification", At. Absorpt. Newsl pág. 14, 127-130</li> <li>3. R.B Cruz and J.C. Van Loon, Anal. (1974), "A. Critical study of Graphiten Furnance Non-Flaml AAS to The Determination of Trace Base Metal in Complex Heavy matrix Sample Solutions", Chim Acta, pág, 72, 231-243</li> <li>4. W.J Price, Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption, HEYDEN</li> </ol>		
 <b>ELABORADO POR:</b> <b>EUNICE BELTRÁN</b>	 <b>REVISADO POR:</b> <b>LIC EMERSON MARTÍNEZ</b>	 <b>APROBADO POR:</b> <b>LIC. M.SC. FREDDY CARRANZA</b>
<b>FECHA DE EMISION</b>	<b>FECHA DE REVISION</b>	<b>FECHA DE APROBACION</b>

## 5.2. Diseño de las hojas de cálculo en Excel para el análisis de los datos obtenidos en la evaluación de los parámetros de desempeño

Los datos y los cálculos de los parámetros de desempeño fueron calculados mediante hojas de Excel diseñada para cada parámetro de desempeño.

Se elaboró primero el formato de las hojas de cálculos en el cual incluye al principio el encabezado y logotipo de la Facultad de Ciencias Agronómicas y el de la Universidad de El Salvador, el siguiente paso se realizó los cuadros con sus respectivas formulas ingresadas en el cual fueron las ecuaciones correspondientes de cada parámetro de desempeño y por último se colocó el criterio de aceptación de cada uno, a la cual se incluyó la gráfica al final se puede observar cada hoja de cálculo de los parámetros de desempeño en el Anexo 17.

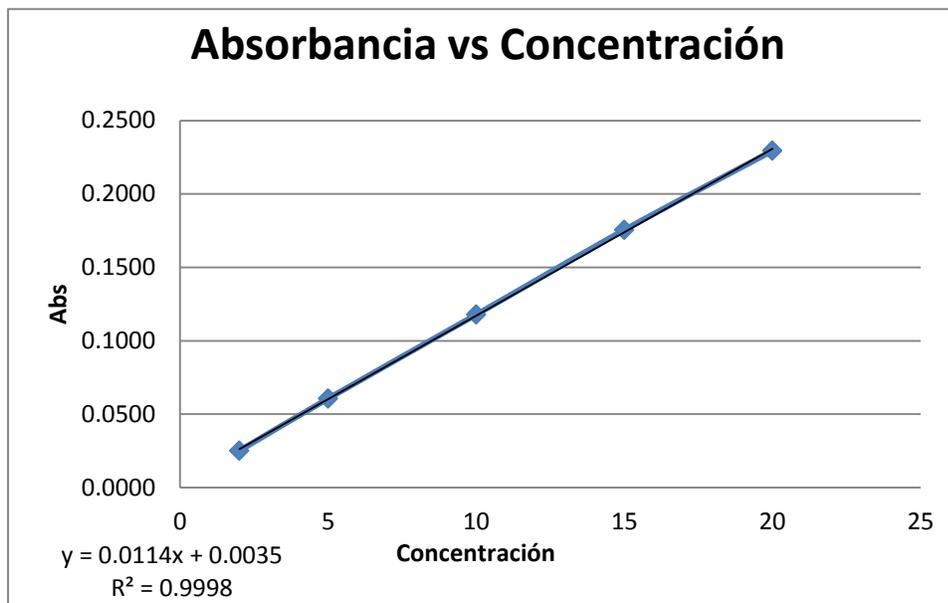
## 5.3. Evaluación de los parámetros de desempeño

### 5.3.1. Intervalo lineal

Para realizar esta prueba, se leyeron por triplicado las absorbancias de los estándares de plomo cuya concentración son: 2, 5, 10, 15 y 20 ppb de plomo, por espectrofotometría, posteriormente se hicieron los cálculos correspondientes:

**Tabla N° 4** Absorbancias obtenidas de los estándares de plomo del intervalo lineal

Estándar	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio
2 ppb	0.0252	0.0246	0.0256	0.0251
5 ppb	0.0595	0.0616	0.0609	0.0607
10 ppb	0.1165	0.1164	0.1208	0.1179
15 ppb	0.1777	0.1761	0.1729	0.1756
20 ppb	0.2304	0.2298	0.2282	0.2295



**Figura N° 4** Curva de calibración para el Intervalo lineal

Una vez realizada la curva de calibración (Figura N°4) se procedió a realizar los cálculos correspondientes para determinar el intervalo de confianza para la pendiente se observa los resultados en la tabla N°5 y tabla N° 6.

**Tabla N° 5** Datos obtenidos de los resultados del Intervalo lineal

	<b>Estándares</b>	<b>Concentración (Y)</b>	<b>y<sup>2</sup></b>	<b>x<sup>2</sup></b>	<b>XY</b>
	<b>2</b>	0.0263	0.0007	4	0.0526
	<b>5</b>	0.0605	0.0037	25	0.3025
	<b>10</b>	0.1175	0.0138	100	1.1750
	<b>15</b>	0.1745	0.0305	225	2.6175
	<b>20</b>	0.2315	0.0536	400	4.6300
<b>Sumatoria</b>	<b>52</b>	<b>0.6103</b>	<b>0.1023</b>	<b>754</b>	<b>8.7776</b>

A continuación, los resultados obtenidos para el intervalo de confianza:

**Tabla N° 6** Datos obtenidos para el Intervalo de Confianza

Datos	Resultados
$r^2$	0.9998
<b>Pendiente</b>	0.0114
<b>Ordenada</b>	0.0035
<b>Sy/x</b>	0.00575
<b>Sb1</b>	0.00039
<b>IC (<math>\beta_1</math>)</b>	0.0105
	0.0123

Los datos de coeficiente de regresión indican en la curva de calibración de los estándares de plomo cumple con el criterio de aceptación de  $r^2$  igual o mayor a 0.98 y el IC ( $\beta_1$ ) no incluye el cero, demuestran que el método analítico es capaz de dar resultados directamente proporcionales a la muestra de estándares de plomo

### 5.3.2. Intervalo de trabajo

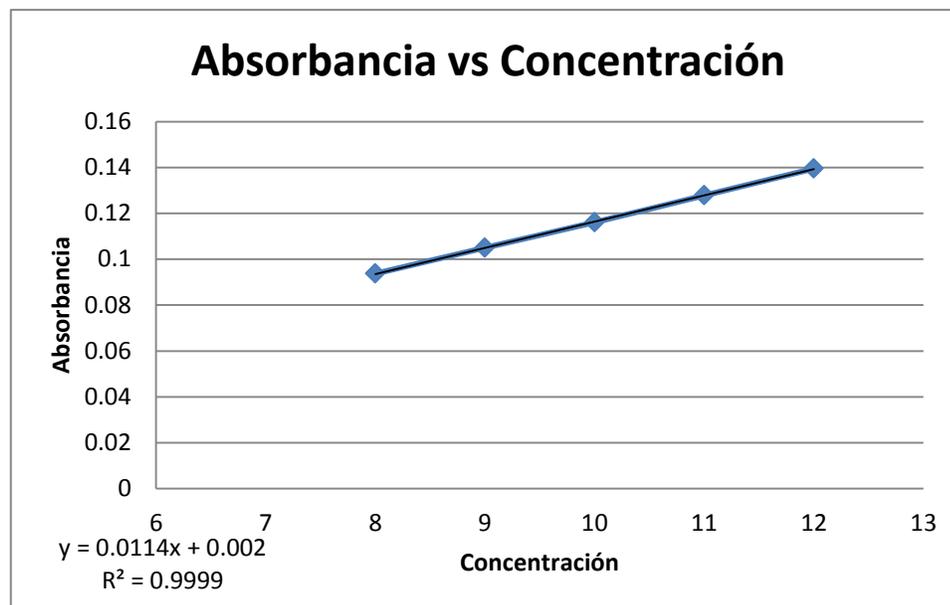
Para realizar el intervalo de trabajo del método Espectrofotométrico de Absorción Atómica por horno de Grafito se siguió la metodología descrita anteriormente (Ver página 40 y 41)

En la siguiente tabla N° 7 se presentan las absorbancias obtenidas de las lecturas de las muestras:

**Tabla N° 7.** Absorbancias obtenidas en los estándares de plomo en el Intervalo de Trabajo

Estándares	Abs. 1	Abs. 2	Abs. 3	Promedio
<b>8</b>	0.0910	0.0950	0.0950	0.0937
<b>9</b>	0.1078	0.1018	0.1055	0.1050
<b>10</b>	0.1144	0.1164	0.1175	0.1161
<b>11</b>	0.1303	0.1268	0.1262	0.1278
<b>12</b>	0.1411	0.1398	0.1375	0.1395

A continuación, se observa la gráfica del Intervalo de trabajo:



**Figura N° 5** Grafica del Intervalo de Trabajo

A continuación, se observa los resultados del Intervalo de trabajo en la tabla N° 8:

**Tabla N° 8** Datos de la curva del Intervalo de trabajo del método de Espectrofotometría Absorción Atómica

	<b>Estándares</b>	<b>Concentración (Y)</b>	<b>y<sup>2</sup></b>	<b>x<sup>2</sup></b>	<b>xy</b>
	<b>8</b>	0.0932	0.0087	64	0.7456
	<b>9</b>	0.1046	0.0109	81	0.9414
	<b>10</b>	0.1160	0.0135	100	1.1600
	<b>11</b>	0.1274	0.0162	121	1.4014
	<b>12</b>	0.1388	0.0193	144	1.6656
<b>Sumatoria</b>	<b>50</b>	0.5800	0.0686	510	5.9140

A continuación, los resultados para el intervalo de confianza del intercepto:

**Tabla N° 9** Datos para Intervalo de confianza del intercepto

Datos	Resultados
$r^2$	0.9999
$t_{0.9765, n-2}$	2.3535
Pendiente(b1)	0.0114
Intercepto (b0)	0.002
Sy/x	0.00261
Sb0	0.00833
Intervalo de Confianza del Intercepto IC ( $\beta_0$ )	-0.0176
	0.0216
CV y/x	2.25

El intervalo de trabajo cumple con el criterio de  $r^2$  de ser igual o mayor a 0.95, con un coeficiente de correlación lineal de  $r^2 = 0.9999$  que se puede observar en la figura N°5 y el  $CV_{y/x}$  cumple con el criterio de aceptación que es menor o igual a 3%, por lo tanto, indica que la respuesta analítica (absorbancia) es representativa con respecto a la concentración de plomo en estudio.

### 5.3.3. Exactitud

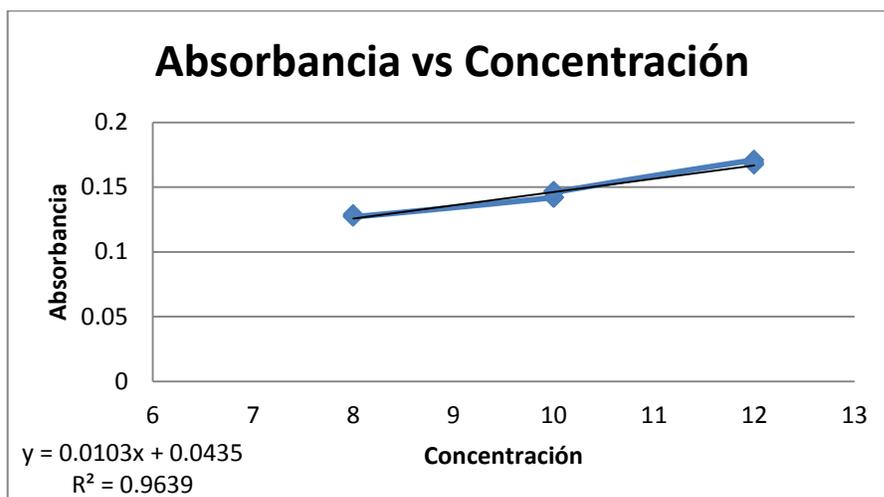
Se determinó la exactitud por el método de Espectrofotometría en Absorción Atómica en Horno de Grafito en el cual se leyeron los estándares de trabajo se observa las absorbancias leídas en la tabla N°10 y posteriormente se realizó los cálculos del porcentaje de recobro para determinar la exactitud del método.

El porcentaje de recobro para la exactitud en todos los niveles de concentración comprende del 97% - 103%, se observa en la tabla N°10 los resultados correspondientes del porcentaje de recobro que el menor es de 97% y el mayor

es del 102% los datos se encuentran dentro del intervalo, cumple con el rango establecido para el porcentaje de recobro.

**Tabla N° 10** Datos obtenidos de la exactitud del método por Espectrofotometría en Absorción atómica

Nivel	Repeticiones	Concentración (µg/mL) = X	Abs	Cmx = Y (µg/ml)	% Recobro (y)	Y 2
80%	1	8	0.1279	0.1259	102	10320
	2	8	0.1288	0.1259	102	10466
	3	8	0.1270	0.1259	101	10176
100%	4	10	0.1421	0.1465	97	9408
	5	10	0.1458	0.1465	100	9905
	6	10	0.1421	0.1465	97	9408
	7	10	0.1468	0.1465	100	10041
	8	10	0.1415	0.1465	97	9329
	9	10	0.1458	0.1465	100	9905
120%	10	12	0.1709	0.1671	102	10460
	11	12	0.1673	0.1671	100	10024
	12	12	0.1688	0.1671	101	10205
<b>SUMATORIA</b>		120		1.758	1198	119646
<b>Promedio</b>		10.00		0.15	99.83	9970.52



**Figura N° 6** Grafica de Exactitud

**Tabla N° 11** Datos para el Intervalo de Confianza en la exactitud.

DATOS	RESULTADOS
$t_{0.975, n-1}$	2.101
Desviación estándar (S)	2.0152
Coefficiente de Variación (CV)	2.0185
Intervalo de Confianza (IC( $\mu$ ))	99
	101

Los resultados de la exactitud indican que el método Espectrofotométrico de Absorción Atómica por Horno de Grafito es exacto, debido que el coeficiente de variación es menor al 3% y el intervalo de confianza cumple con el criterio de aceptación que es del 97 – 103%, ver resultados en la tabla N° 11.

#### 5.3.4. Repetibilidad

Se determinó la repetibilidad de método por Espectrofotómetro de Absorción Atómica, manteniendo las mismas condiciones del análisis: mismo analista, mismo día, mismo equipo y mismo instrumento; se leyeron las absorbancias en el Espectrofotometría de Absorción Atómica y luego se hizo el cálculo de coeficiente variación.

**Tabla N°12** Datos obtenidos de la repetibilidad del método Espectrofotométrico Absorción Atómica.

[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV
8	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41
10	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98
12	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06

El porcentaje de coeficiente de variación de la repetibilidad por cada concentración de estándar se encuentra con valores menores o igual al 3% en

todos los niveles de concentración, cumple con los parámetros de aceptación establecidos (Ver tabla N°12).

### 5.3.5. Precisión Intermedia

Se determinó la precisión intermedia del método por Espectrofotometría de Absorción Atómica, manteniendo las mismas condiciones del análisis: distinto analista, diferente día, mismo equipo y mismo instrumento; se leyeron las absorbancias en el Espectrofotometría de Absorción Atómica y luego se hizo el cálculo de coeficiente variación.

**Tabla N°13** Datos obtenidos en la precisión Intermedia del método Espectrofotométrico Absorción Atómica.

<b>ANALISTA 1</b>									
<b>[ST]</b>	<b>Abs 1</b>	<b>Abs 2</b>	<b>Abs 3</b>	<b>Abs 4</b>	<b>Abs 5</b>	<b>Abs 6</b>	<b>Promedio</b>	<b>S</b>	<b>%CV</b>
<b>8</b>	0.0870	0.0944	0.0898	0.0911	0.0918	0.0910	0.0909	0.0024	2.67
<b>10</b>	0.1146	0.1136	0.1122	0.1146	0.1118	0.1116	0.1131	0.0014	1.22
<b>12</b>	0.1358	0.1356	0.1367	0.1372	0.1347	0.1389	0.1365	0.0015	1.08
<b>ANALISTA 2</b>									
<b>[ST]</b>	<b>Abs 1</b>	<b>Abs 2</b>	<b>Abs 3</b>	<b>Abs 4</b>	<b>Abs 5</b>	<b>Abs 6</b>	<b>Promedio</b>	<b>S</b>	<b>%CV</b>
8	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41
10	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98
12	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06

La desviación estándar que se muestra en la tabla 13 para todas las muestras leídas es muy pequeña lo que significa que los datos que se obtuvieron no son muy variables entre sí, indicando que no hay mayor dispersión entre los dos analistas.

Por otra parte, el coeficiente de variación obtenida entre primer analista y segundo analista fueron inferior al 3% indicando que contiene una representatividad en su coeficiente de variación.

### Análisis de Varianza ANOVA

**Tabla N° 14** Datos promedios de las Absorbancias de cada analista

	<b>ANALISTA 1</b>	<b>ANALISTA 2</b>
<b>[ST]</b>	<b>Abs promedio</b>	<b>Abs promedio</b>
<b>8</b>	0.0909	0.0915
<b>10</b>	0.1131	0.1164
<b>12</b>	0.1365	0.1385

**Tabla N° 15** Resultados obtenidos en la Varianza ANOVA

<b>Suma=</b>	0.3405	0.3464	
<b>Media=</b>	0.1135	0.1155	
<b>Suma total=</b>	0.6869		
<b>n=</b>	3	3	
<b>N=</b>	6	<b>K=</b>	2
<b>SC trat=</b>	0.0000058017		
<b>SC total=</b>	0.002152		
<b>SCerror=</b>	0.002146		

**Tabla N° 16** Resultados obtenidos de la precisión intermedia para la Varianza ANOVA.

FUENTE DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADO MEDIO	F
Entre las muestras	0.0000058017	1	5.8017E-06	0.0108
Dentro de las muestras	0.002146	4	0.0005365	
<b>Total</b>	0.002152	5		
<b>(Valor crítico) F=</b>	7.7086			
<b>p-valor=</b>	0.92218			

Para el parámetro de precisión intermedia en el análisis de varianza ANOVA se plantea dos hipótesis las cuales son:

**La hipótesis nula:** Establece que las dos medias de la población son iguales.

**La hipótesis alternativa:** Establece que al menos una es diferente.

Para que se cumpla la hipótesis nula tiene que cumplir los siguientes criterios:

**F < Valor crítico F =** Se Acepta la hipótesis Nula

**F > Valor crítico F =** Se Rechaza la hipótesis Nula

Los resultados obtenidos en la varianza ANOVA se puede observar en la tabla N° 16 el valor de F que es de 0.0108 es menor que el valor critico F es de 7.7086, concluimos que la hipótesis nula se acepta porque el valor de F es menor al valor critico F. Por lo que no hay diferencia significativa entre la precisión alcanzada entre analistas.

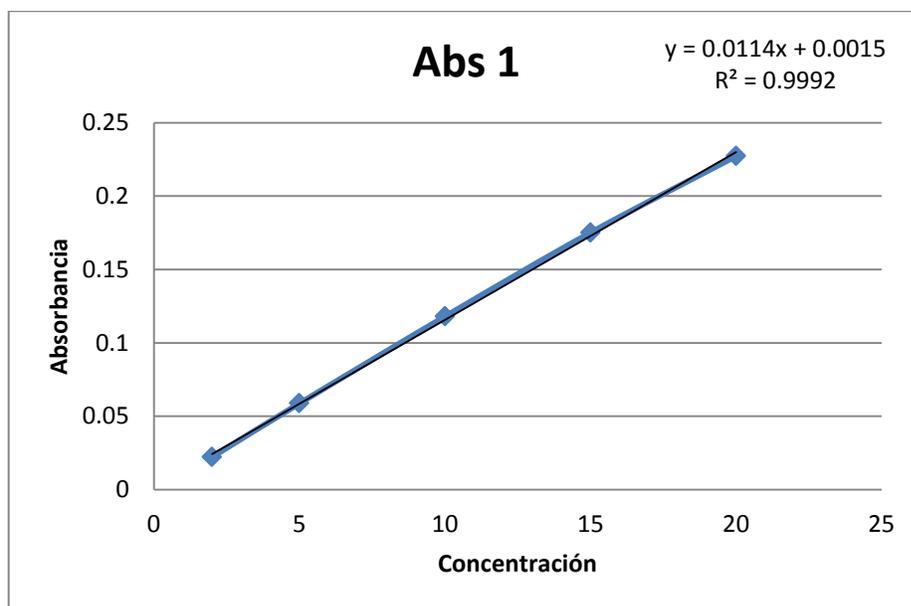
### 5.3.6. Límite de Cuantificación

Para determinar el límite de cuantificación primero se calculó la desviación estándar de la concentración del blanco, la cual se obtuvo a partir de la

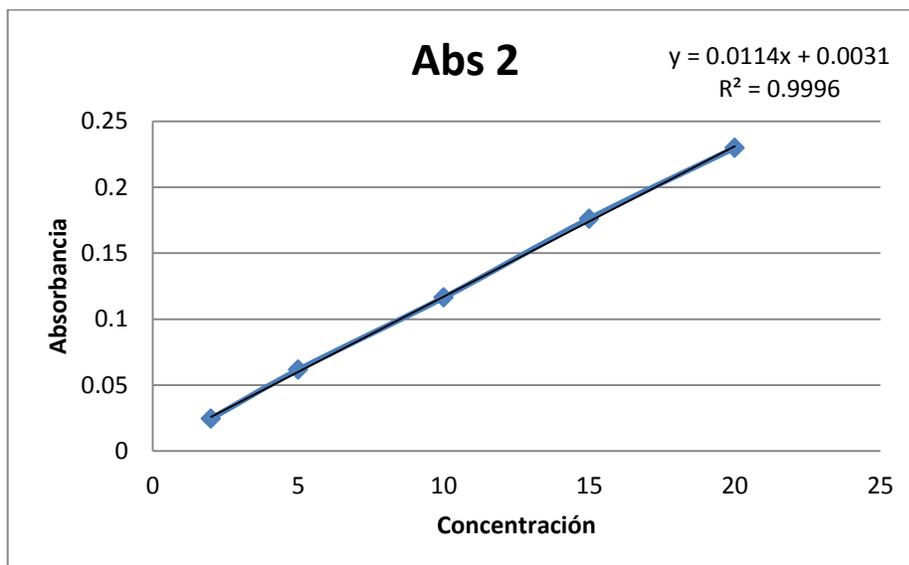
ecuación de la curva de calibración para el estándar, se calculó como se muestra a continuación en la tabla N° 17:

**Tabla N° 17** Datos para la curva de calibración para el límite de cuantificación

<b>Estándar</b>	<b>Abs 1</b>	<b>Abs 2</b>
<b>2</b>	0.0223	0.0246
<b>5</b>	0.0588	0.0616
<b>10</b>	0.118	0.1164
<b>15</b>	0.1751	0.1761
<b>20</b>	0.2272	0.2298



**Figura N° 7** Curva de calibración para Absorbancia 1



**Figura N° 8** Curva de calibración para Absorbancia 2

**Tabla N° 18** Los valores de concentración del blanco

BLANCOS	ABS	ECUACION RECTA		CONCENTRACION DEL BLANCO
		PENDIENTE	INTERCEPTO	
1	0.0013	0.0114	0.0015	-0.0175
2	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
3	0.0012	0.0114	0.0015	-0.0263
4	0.0004	0.0114	0.0015	-0.0965
5	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
6	0.0010	0.0114	0.0031	-0.1842
7	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
8	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
9	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
10	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
<b>DESVIACION</b>				0.0559

A partir de la concentración de los blancos se calculó su desviación estándar, obteniéndose un valor de 0.0559  $\mu\text{g}/\text{L}$  (Ver tabla N°18).

El límite de cuantificación es diez veces esa desviación estándar:

$$LC = 10 \times 0.0559 = 0.559 \mu\text{g/L}$$

De acuerdo a los resultados obtenidos, la cantidad más pequeña del analito en una muestra que puede ser cuantitativamente determinada con una exactitud aceptable es de  $0.559 \mu\text{g/L}$ , por lo tanto, la metodología empleada para la determinación de plomo en agua superficial por Espectrofotometría de Absorción Atómica es adecuado, ya que la concentración máxima de plomo en agua superficiales permitida por el Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 es de  $10 \mu\text{g/L}$  de Plomo.

### 5.3.7. Robustez

Para dicho parámetro se realizaron una serie de modificaciones que son críticas en el análisis de Plomo (Pb) para ello se modificaran siete variables del procedimiento, como cantidades de reactivos y adición de algunos interferentes conocidos para la determinación de Plomo (Pb).

**Tabla N° 19** Resultados del análisis de robustez

VARIABLE	ABSORBANCIA	MEDIA ARITMETICA	DI I PORCENTAJE (%)
NORMAL	0.0090	0.0092	
	0.0094		
HNO3	0.0088	0.0090	-0.02%
	0.0092		
HCI DOBLE	0.0106	0.0106	0.14%
	0.0106		
SIN MODIFICADOR (Solución de Paladio)	0.0106	0.0102	0.09%
	0.0097		
DOBLE MODIFICADOR (Solución de Paladio)	0.0107	0.0117	0.25%
	0.0126		
MODIFICADOR 1/2 (Solución de Paladio)	0.0116	0.0114	0.22%
	0.0112		
Sodio 1000 ppm	0.0104	0.0114	0.22%
	0.0124		
Sodio 1500 ppm	0.0113	0.0116	0.24%
	0.0118		

De acuerdo a los resultados obtenidos (Ver tabla N°19), se puede apreciar las 7 variables indicadas para la determinación de robustez que el valor absoluto se encuentra por debajo del 3%, por lo que se concluye que las variaciones realizadas en el método no tienen importancia significativa, por lo tanto, el método ensayado es robusto.

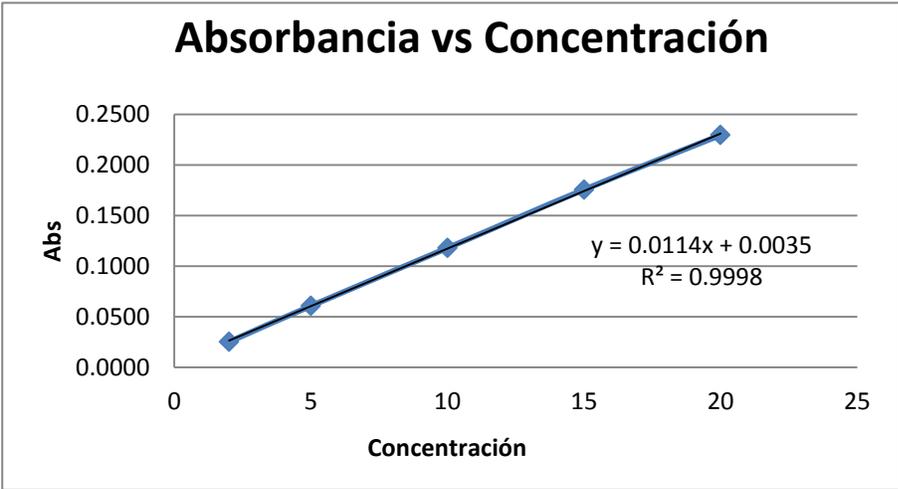
#### 5.4. Elaboración de informe de validación de los parámetros de desempeño

Al finalizar las pruebas de los parámetros de desempeños se redactó un informe, en el cual se incluyen los resultados obtenidos en cada parámetro de desempeño realizado, las especificaciones, así como el resultado obtenido y el dictamen

A continuación, se presenta el Informe de los parámetros de desempeño:

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS 1 DE 24</b>
<p>Al analizar los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito, presentado en el protocolo de parámetros de desempeño que contiene cada parámetro estudiado con su respectiva metodología, sus criterios de aceptación y sus fórmulas estadística de cada uno.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Parámetros validados y Criterios de aceptación</b></li> <li>- <b>Intervalo lineal</b> Los criterios de aceptación para cumplimiento de Intervalo lineal son: <math>r^2 \geq 0.98</math> El IC (<math>\beta_1</math>) no debe incluir el cero.</li> <li>- <b>Intervalo de trabajo</b>  Los criterios de aceptación para cumplimiento del Intervalo de trabajo son:</li> </ul>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS 2 DE 24</b>
<p><math>r^2 \geq 0.95</math> El IC (<math>\beta_0</math>) debe incluir el cero El CV y/x del porcentaje de recobro, no debe ser mayor del 3% por ser método espectrofotométrico.</p> <p>- <b>Exactitud</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la exactitud son: CV <math>\leq 3\%</math> para método espectrofotométrico. El IC (<math>\mu</math>) para método espectrofotométrico es (97 -103%)</p> <p>- <b>Repetibilidad</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la repetibilidad son: CV <math>\leq 3\%</math> para método espectrofotométrico</p> <p>- <b>Precisión intermedia</b></p> <p>Los criterios de aceptación para cumplimiento de la precisión son: CV <math>\leq 3\%</math> para método espectrofotométrico Análisis de variancia ANOVA</p> <p>- <b>Límite de cuantificación</b></p> <p>Segundo dato obtenido en el proceso estadístico.</p> <p>- <b>Robustez</b></p> <p>El criterio de aceptación para cumplimiento de la robustez es:   di   <math>\leq 3\%</math> para método espectrofotométrico</p>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																															
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>3 DE 24</b>																														
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Resultados de cada parámetro desempeño.</b></li> </ul> <p>- <b>Intervalo lineal</b></p> <p>Absorbancias obtenidas de los estándares de plomo del intervalo lineal.</p> <table border="1" data-bbox="388 911 1258 1247"> <thead> <tr> <th>Estándar</th> <th>Abs 1</th> <th>Abs 2</th> <th>Abs 3</th> <th>Promedio</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>2 ppb</b></td> <td>0.0252</td> <td>0.0246</td> <td>0.0256</td> <td>0.0251</td> </tr> <tr> <td><b>5 ppb</b></td> <td>0.0595</td> <td>0.0616</td> <td>0.0609</td> <td>0.0607</td> </tr> <tr> <td><b>10 ppb</b></td> <td>0.1165</td> <td>0.1164</td> <td>0.1208</td> <td>0.1179</td> </tr> <tr> <td><b>15 ppb</b></td> <td>0.1777</td> <td>0.1761</td> <td>0.1729</td> <td>0.1756</td> </tr> <tr> <td><b>20 ppb</b></td> <td>0.2304</td> <td>0.2298</td> <td>0.2282</td> <td>0.2295</td> </tr> </tbody> </table> <div style="text-align: center;">  <p><b>Absorbancia vs Concentración</b></p> <p><math>y = 0.0114x + 0.0035</math>  <math>R^2 = 0.9998</math></p> </div> <p style="text-align: center;"><b>Figura N° 1</b> Curva de calibración para el Intervalo lineal</p>			Estándar	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio	<b>2 ppb</b>	0.0252	0.0246	0.0256	0.0251	<b>5 ppb</b>	0.0595	0.0616	0.0609	0.0607	<b>10 ppb</b>	0.1165	0.1164	0.1208	0.1179	<b>15 ppb</b>	0.1777	0.1761	0.1729	0.1756	<b>20 ppb</b>	0.2304	0.2298	0.2282	0.2295
Estándar	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio																												
<b>2 ppb</b>	0.0252	0.0246	0.0256	0.0251																												
<b>5 ppb</b>	0.0595	0.0616	0.0609	0.0607																												
<b>10 ppb</b>	0.1165	0.1164	0.1208	0.1179																												
<b>15 ppb</b>	0.1777	0.1761	0.1729	0.1756																												
<b>20 ppb</b>	0.2304	0.2298	0.2282	0.2295																												

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																																				
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>4 DE 24</b>																																																			
<p>Datos obtenidos de los resultados del Intervalo lineal</p> <table border="1" data-bbox="418 751 1317 1205"> <thead> <tr> <th>Estándar es</th> <th>Concentración (Y)</th> <th>y<sup>2</sup></th> <th>x<sup>2</sup></th> <th>XY</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>2</td> <td>0.0263</td> <td>0.0007</td> <td>4</td> <td>0.0526</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>0.0605</td> <td>0.0037</td> <td>25</td> <td>0.3025</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>0.1175</td> <td>0.0138</td> <td>100</td> <td>1.1750</td> </tr> <tr> <td>15</td> <td>0.1745</td> <td>0.0305</td> <td>225</td> <td>2.6175</td> </tr> <tr> <td>20</td> <td>0.2315</td> <td>0.0536</td> <td>400</td> <td>4.6300</td> </tr> <tr> <td><b>Sumatoria</b></td> <td><b>52</b></td> <td><b>0.6103</b></td> <td><b>0.1023</b></td> <td><b>754</b></td> <td><b>8.7776</b></td> </tr> </tbody> </table> <p>Datos obtenidos para el Intervalo de Confianza</p> <table border="1" data-bbox="597 1350 1029 1782"> <thead> <tr> <th>Datos</th> <th>Resultados</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>r<sup>2</sup></td> <td>0.9998</td> </tr> <tr> <td>Pendiente</td> <td>0.0114</td> </tr> <tr> <td>Ordenada</td> <td>0.0035</td> </tr> <tr> <td>Sy/x</td> <td>0.00575</td> </tr> <tr> <td>Sb1</td> <td>0.00039</td> </tr> <tr> <td rowspan="2">IC (β1)</td> <td>0.0105</td> </tr> <tr> <td>0.0123</td> </tr> </tbody> </table>			Estándar es	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	XY	2	0.0263	0.0007	4	0.0526	5	0.0605	0.0037	25	0.3025	10	0.1175	0.0138	100	1.1750	15	0.1745	0.0305	225	2.6175	20	0.2315	0.0536	400	4.6300	<b>Sumatoria</b>	<b>52</b>	<b>0.6103</b>	<b>0.1023</b>	<b>754</b>	<b>8.7776</b>	Datos	Resultados	r <sup>2</sup>	0.9998	Pendiente	0.0114	Ordenada	0.0035	Sy/x	0.00575	Sb1	0.00039	IC (β1)	0.0105	0.0123
Estándar es	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	XY																																																	
2	0.0263	0.0007	4	0.0526																																																	
5	0.0605	0.0037	25	0.3025																																																	
10	0.1175	0.0138	100	1.1750																																																	
15	0.1745	0.0305	225	2.6175																																																	
20	0.2315	0.0536	400	4.6300																																																	
<b>Sumatoria</b>	<b>52</b>	<b>0.6103</b>	<b>0.1023</b>	<b>754</b>	<b>8.7776</b>																																																
Datos	Resultados																																																				
r <sup>2</sup>	0.9998																																																				
Pendiente	0.0114																																																				
Ordenada	0.0035																																																				
Sy/x	0.00575																																																				
Sb1	0.00039																																																				
IC (β1)	0.0105																																																				
	0.0123																																																				

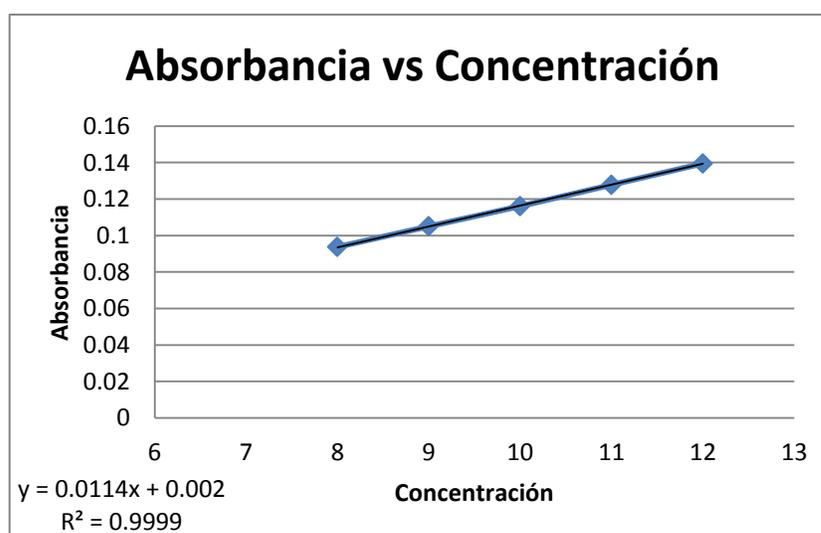
	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>5 DE 24</b>

- **Intervalo de trabajo**

Absorbancias obtenidas en los estándares de plomo en el Intervalo de Trabajo

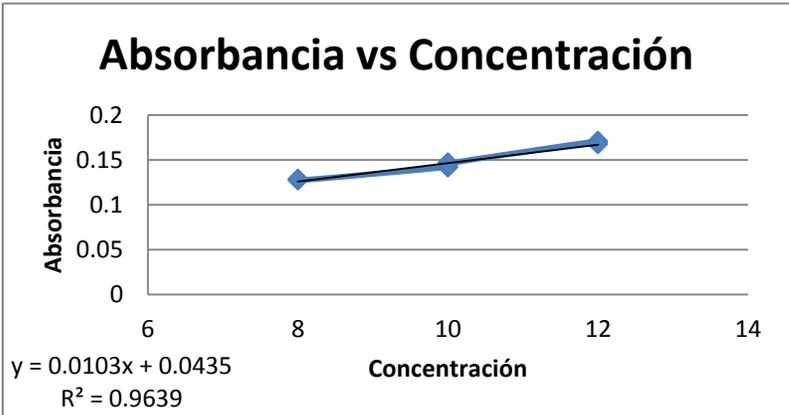
Estándares	Abs. 1	Abs. 2	Abs. 3	Promedio
8	0.0910	0.0950	0.0950	0.0937
9	0.1078	0.1018	0.1055	0.1050
10	0.1144	0.1164	0.1175	0.1161
11	0.1303	0.1268	0.1262	0.1278
12	0.1411	0.1398	0.1375	0.1395

continuación, se observa la gráfica del Intervalo de trabajo:



**Figura N° 2** Grafica del Intervalo de Trabajo

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																																							
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>6 DE 24</b>																																																						
<p>A continuación, se observa los resultados del Intervalo de trabajo:</p> <p>Datos de la curva del Intervalo de trabajo del método de Espectrofotometría Absorción Atómica</p> <table border="1" data-bbox="362 827 1370 1163"> <thead> <tr> <th>Estándares</th> <th>Concentración (Y)</th> <th>y<sup>2</sup></th> <th>x<sup>2</sup></th> <th>xy</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>8</td> <td>0.0932</td> <td>0.0087</td> <td>64</td> <td>0.7456</td> </tr> <tr> <td>9</td> <td>0.1046</td> <td>0.0109</td> <td>81</td> <td>0.9414</td> </tr> <tr> <td>10</td> <td>0.1160</td> <td>0.0135</td> <td>100</td> <td>1.1600</td> </tr> <tr> <td>11</td> <td>0.1274</td> <td>0.0162</td> <td>121</td> <td>1.4014</td> </tr> <tr> <td>12</td> <td>0.1388</td> <td>0.0193</td> <td>144</td> <td>1.6656</td> </tr> <tr> <td><b>Sumatoria</b></td> <td><b>50</b></td> <td><b>0.5800</b></td> <td><b>510</b></td> <td><b>5.9140</b></td> </tr> </tbody> </table> <p>A continuación, los resultados para el intervalo de confianza del intercepto:</p> <p style="text-align: center;">Datos para Intervalo de confianza del intercepto</p> <table border="1" data-bbox="393 1377 1338 1843"> <thead> <tr> <th>Datos</th> <th>Resultados</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><math>r^2</math></td> <td>0.9999</td> </tr> <tr> <td><math>t_{0.9765, n-2}</math></td> <td>2.3535</td> </tr> <tr> <td><b>Pendiente(b1)</b></td> <td>0.0114</td> </tr> <tr> <td><b>Intercepto (b0)</b></td> <td>0.002</td> </tr> <tr> <td><b>Sy/x</b></td> <td>0.00261</td> </tr> <tr> <td><b>Sb0</b></td> <td>0.00833</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>Intervalo de Confianza del Intercepto IC (<math>\beta_0</math>)</b></td> <td>-0.0176</td> </tr> <tr> <td>0.0216</td> </tr> <tr> <td><b>CV y/x</b></td> <td>2.25</td> </tr> </tbody> </table>			Estándares	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	xy	8	0.0932	0.0087	64	0.7456	9	0.1046	0.0109	81	0.9414	10	0.1160	0.0135	100	1.1600	11	0.1274	0.0162	121	1.4014	12	0.1388	0.0193	144	1.6656	<b>Sumatoria</b>	<b>50</b>	<b>0.5800</b>	<b>510</b>	<b>5.9140</b>	Datos	Resultados	$r^2$	0.9999	$t_{0.9765, n-2}$	2.3535	<b>Pendiente(b1)</b>	0.0114	<b>Intercepto (b0)</b>	0.002	<b>Sy/x</b>	0.00261	<b>Sb0</b>	0.00833	<b>Intervalo de Confianza del Intercepto IC (<math>\beta_0</math>)</b>	-0.0176	0.0216	<b>CV y/x</b>	2.25
Estándares	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	xy																																																				
8	0.0932	0.0087	64	0.7456																																																				
9	0.1046	0.0109	81	0.9414																																																				
10	0.1160	0.0135	100	1.1600																																																				
11	0.1274	0.0162	121	1.4014																																																				
12	0.1388	0.0193	144	1.6656																																																				
<b>Sumatoria</b>	<b>50</b>	<b>0.5800</b>	<b>510</b>	<b>5.9140</b>																																																				
Datos	Resultados																																																							
$r^2$	0.9999																																																							
$t_{0.9765, n-2}$	2.3535																																																							
<b>Pendiente(b1)</b>	0.0114																																																							
<b>Intercepto (b0)</b>	0.002																																																							
<b>Sy/x</b>	0.00261																																																							
<b>Sb0</b>	0.00833																																																							
<b>Intervalo de Confianza del Intercepto IC (<math>\beta_0</math>)</b>	-0.0176																																																							
	0.0216																																																							
<b>CV y/x</b>	2.25																																																							

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																																																																																	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>7 DE 24</b>																																																																																																
<p>- <b>Exactitud</b></p> <div style="text-align: center;">  <p><b>Absorbancia vs Concentración</b></p> <p><math>y = 0.0103x + 0.0435</math>  <math>R^2 = 0.9639</math></p> </div> <p style="text-align: center;"><b>Figura N° 3 Grafica de Exactitud.</b></p> <p>Datos obtenidos de la exactitud del método por Espectrofotometría en Absorción atómica.</p> <table border="1" data-bbox="305 1262 1422 1850"> <thead> <tr> <th>Nivel</th> <th>Repeticiones</th> <th>Concentración (µg/mL) = X</th> <th>Abs</th> <th>Cmx = Y (µg/ml)</th> <th>% Recobro (y)</th> <th>Y 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="3">80%</td> <td>1</td> <td>8</td> <td>0.1279</td> <td>0.1259</td> <td>102</td> <td>10320</td> </tr> <tr> <td>2</td> <td>8</td> <td>0.1288</td> <td>0.1259</td> <td>102</td> <td>10466</td> </tr> <tr> <td>3</td> <td>8</td> <td>0.1270</td> <td>0.1259</td> <td>101</td> <td>10176</td> </tr> <tr> <td rowspan="6">100%</td> <td>4</td> <td>10</td> <td>0.1421</td> <td>0.1465</td> <td>97</td> <td>9408</td> </tr> <tr> <td>5</td> <td>10</td> <td>0.1458</td> <td>0.1465</td> <td>100</td> <td>9905</td> </tr> <tr> <td>6</td> <td>10</td> <td>0.1421</td> <td>0.1465</td> <td>97</td> <td>9408</td> </tr> <tr> <td>7</td> <td>10</td> <td>0.1468</td> <td>0.1465</td> <td>100</td> <td>10041</td> </tr> <tr> <td>8</td> <td>10</td> <td>0.1415</td> <td>0.1465</td> <td>97</td> <td>9329</td> </tr> <tr> <td>9</td> <td>10</td> <td>0.1458</td> <td>0.1465</td> <td>100</td> <td>9905</td> </tr> <tr> <td rowspan="3">120%</td> <td>10</td> <td>12</td> <td>0.1709</td> <td>0.1671</td> <td>102</td> <td>10460</td> </tr> <tr> <td>11</td> <td>12</td> <td>0.1673</td> <td>0.1671</td> <td>100</td> <td>10024</td> </tr> <tr> <td>12</td> <td>12</td> <td>0.1688</td> <td>0.1671</td> <td>101</td> <td>10205</td> </tr> <tr> <td colspan="2"><b>SUMATORIA</b></td> <td>120</td> <td></td> <td>1.758</td> <td>1198</td> <td>119646</td> </tr> <tr> <td colspan="2"><b>Promedio</b></td> <td>10.00</td> <td></td> <td>0.15</td> <td>99.83</td> <td>9970.52</td> </tr> </tbody> </table>			Nivel	Repeticiones	Concentración (µg/mL) = X	Abs	Cmx = Y (µg/ml)	% Recobro (y)	Y 2	80%	1	8	0.1279	0.1259	102	10320	2	8	0.1288	0.1259	102	10466	3	8	0.1270	0.1259	101	10176	100%	4	10	0.1421	0.1465	97	9408	5	10	0.1458	0.1465	100	9905	6	10	0.1421	0.1465	97	9408	7	10	0.1468	0.1465	100	10041	8	10	0.1415	0.1465	97	9329	9	10	0.1458	0.1465	100	9905	120%	10	12	0.1709	0.1671	102	10460	11	12	0.1673	0.1671	100	10024	12	12	0.1688	0.1671	101	10205	<b>SUMATORIA</b>		120		1.758	1198	119646	<b>Promedio</b>		10.00		0.15	99.83	9970.52
Nivel	Repeticiones	Concentración (µg/mL) = X	Abs	Cmx = Y (µg/ml)	% Recobro (y)	Y 2																																																																																												
80%	1	8	0.1279	0.1259	102	10320																																																																																												
	2	8	0.1288	0.1259	102	10466																																																																																												
	3	8	0.1270	0.1259	101	10176																																																																																												
100%	4	10	0.1421	0.1465	97	9408																																																																																												
	5	10	0.1458	0.1465	100	9905																																																																																												
	6	10	0.1421	0.1465	97	9408																																																																																												
	7	10	0.1468	0.1465	100	10041																																																																																												
	8	10	0.1415	0.1465	97	9329																																																																																												
	9	10	0.1458	0.1465	100	9905																																																																																												
120%	10	12	0.1709	0.1671	102	10460																																																																																												
	11	12	0.1673	0.1671	100	10024																																																																																												
	12	12	0.1688	0.1671	101	10205																																																																																												
<b>SUMATORIA</b>		120		1.758	1198	119646																																																																																												
<b>Promedio</b>		10.00		0.15	99.83	9970.52																																																																																												

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																																			
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA.</b>	<b>PAGINAS</b> <b>8 DE 24</b>																																																		
Datos para el Intervalo de Confianza en la exactitud																																																				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 60%;">DATOS</th> <th>RESULTADOS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><math>t_{0.975, n-1}</math></td> <td>2.101</td> </tr> <tr> <td><b>Desviación estándar (S)</b></td> <td>2.0152</td> </tr> <tr> <td><b>Coeficiente de Variación (CV)</b></td> <td>2.0185</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>Intervalo de Confianza (IC(<math>\mu</math>))</b></td> <td>99</td> </tr> <tr> <td>101</td> </tr> </tbody> </table>			DATOS	RESULTADOS	$t_{0.975, n-1}$	2.101	<b>Desviación estándar (S)</b>	2.0152	<b>Coeficiente de Variación (CV)</b>	2.0185	<b>Intervalo de Confianza (IC(<math>\mu</math>))</b>	99	101																																							
DATOS	RESULTADOS																																																			
$t_{0.975, n-1}$	2.101																																																			
<b>Desviación estándar (S)</b>	2.0152																																																			
<b>Coeficiente de Variación (CV)</b>	2.0185																																																			
<b>Intervalo de Confianza (IC(<math>\mu</math>))</b>	99																																																			
	101																																																			
- <b>Repetibilidad</b>																																																				
Datos obtenidos de la repetibilidad del método Espectrofotométrico Absorción Atómica.																																																				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th>[ST]</th> <th>Abs 1</th> <th>Abs 2</th> <th>Abs 3</th> <th>Abs 4</th> <th>Abs 5</th> <th>Abs 6</th> <th>Promedio</th> <th>S</th> <th>%CV</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>8</b></td> <td>0.0896</td> <td>0.0918</td> <td>0.0921</td> <td>0.0923</td> <td>0.0929</td> <td>0.0902</td> <td>0.0915</td> <td>0.0013</td> <td>1.41</td> </tr> <tr> <td><b>10</b></td> <td>0.1152</td> <td>0.1164</td> <td>0.1178</td> <td>0.1177</td> <td>0.1152</td> <td>0.1162</td> <td>0.1164</td> <td>0.0011</td> <td>0.98</td> </tr> <tr> <td><b>12</b></td> <td>0.1397</td> <td>0.1400</td> <td>0.1386</td> <td>0.1391</td> <td>0.1370</td> <td>0.1364</td> <td>0.1385</td> <td>0.0015</td> <td>1.06</td> </tr> </tbody> </table>			[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV	<b>8</b>	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41	<b>10</b>	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98	<b>12</b>	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06										
[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV																																											
<b>8</b>	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41																																											
<b>10</b>	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98																																											
<b>12</b>	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06																																											
- <b>Precisión Intermedia</b>																																																				
Datos obtenidos en la precisión Intermedia del método Espectrofotométrico Absorción Atómica:																																																				
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse; text-align: center;"> <thead> <tr> <th colspan="10"><b>ANALISTA 1</b></th> </tr> <tr> <th>[ST]</th> <th>Abs 1</th> <th>Abs 2</th> <th>Abs 3</th> <th>Abs 4</th> <th>Abs 5</th> <th>Abs 6</th> <th>Promedio</th> <th>S</th> <th>%CV</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td><b>8</b></td> <td>0.0870</td> <td>0.0944</td> <td>0.0898</td> <td>0.0911</td> <td>0.0918</td> <td>0.0910</td> <td>0.0909</td> <td>0.0024</td> <td>2.67</td> </tr> <tr> <td><b>10</b></td> <td>0.1146</td> <td>0.1136</td> <td>0.1122</td> <td>0.1146</td> <td>0.1118</td> <td>0.1116</td> <td>0.1131</td> <td>0.0014</td> <td>1.22</td> </tr> <tr> <td><b>12</b></td> <td>0.1358</td> <td>0.1356</td> <td>0.1367</td> <td>0.1372</td> <td>0.1347</td> <td>0.1389</td> <td>0.1365</td> <td>0.0015</td> <td>1.08</td> </tr> </tbody> </table>			<b>ANALISTA 1</b>										[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV	<b>8</b>	0.0870	0.0944	0.0898	0.0911	0.0918	0.0910	0.0909	0.0024	2.67	<b>10</b>	0.1146	0.1136	0.1122	0.1146	0.1118	0.1116	0.1131	0.0014	1.22	<b>12</b>	0.1358	0.1356	0.1367	0.1372	0.1347	0.1389	0.1365	0.0015	1.08
<b>ANALISTA 1</b>																																																				
[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV																																											
<b>8</b>	0.0870	0.0944	0.0898	0.0911	0.0918	0.0910	0.0909	0.0024	2.67																																											
<b>10</b>	0.1146	0.1136	0.1122	0.1146	0.1118	0.1116	0.1131	0.0014	1.22																																											
<b>12</b>	0.1358	0.1356	0.1367	0.1372	0.1347	0.1389	0.1365	0.0015	1.08																																											

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA.</b>	<b>PAGINAS</b> <b>9 DE 24</b>

ANALISTA 2									
[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV
8	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41
10	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98
12	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06

#### Análisis de Varianza ANOVA

Datos promedios de las Absorbancias de cada analista:

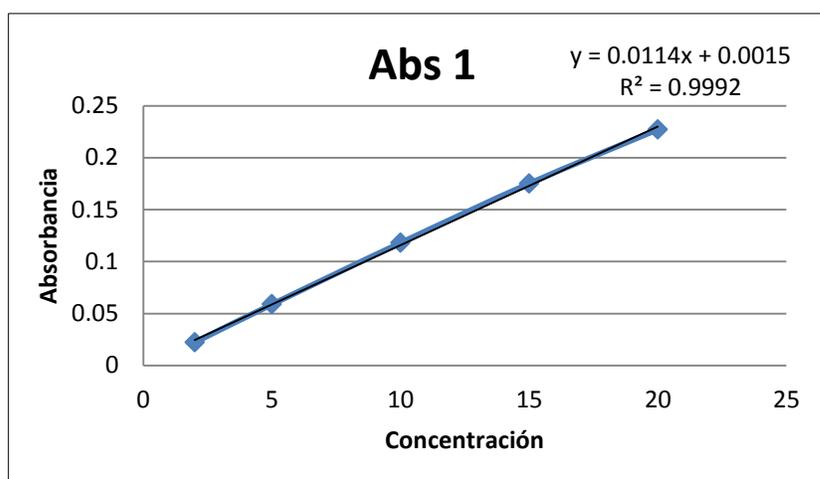
	ANALISTA 1	ANALISTA 2
[ST]	Abs promedio	Abs promedio
8	0.0909	0.0915
10	0.1131	0.1164
12	0.1365	0.1385

Resultados obtenidos en la Varianza ANOVA:

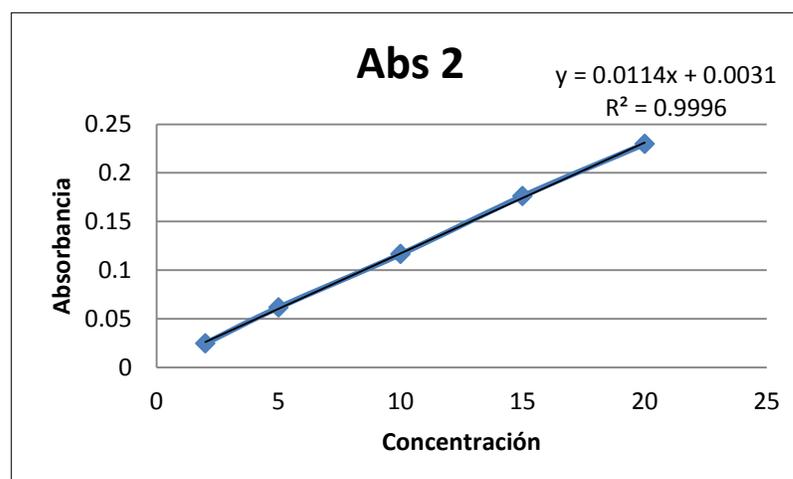
<b>Suma=</b>	0.3405	0.3464
<b>Media=</b>	0.1135	0.1155
<b>Suma total=</b>	0.6869	
<b>n=</b>	3	3
<b>N=</b>	6	<b>K=</b> 2
<b>SC trat=</b>	0.0000058017	
<b>SC total=</b>	0.002152	
<b>SCerror=</b>	0.002146	

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA.</b>	<b>PAGINAS</b> <b>10 DE 24</b>																																
<p>Resultados obtenidos de la precisión intermedia para la Varianza ANOVA.</p>																																		
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">FUENTE DE VARIACIÓN</th> <th style="text-align: center;">SUMA DE CUADRADOS</th> <th style="text-align: center;">GRADOS DE LIBERTAD</th> <th style="text-align: center;">CUADRADO MEDIO</th> <th style="text-align: center;">F</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">Entre las muestras</td> <td style="text-align: center;">0.0000058017</td> <td style="text-align: center;">1</td> <td style="text-align: center;">5.8017E-06</td> <td style="text-align: center;">0.0108</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">Dentro de las muestras</td> <td style="text-align: center;">0.002146</td> <td style="text-align: center;">4</td> <td style="text-align: center;">0.0005365</td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>Total</b></td> <td style="text-align: center;">0.002152</td> <td style="text-align: center;">5</td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>(Valor crítico) F=</b></td> <td style="text-align: center;">7.7086</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>p-valor=</b></td> <td style="text-align: center;">0.92218</td> <td></td> <td></td> <td></td> </tr> </tbody> </table>					FUENTE DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADO MEDIO	F	Entre las muestras	0.0000058017	1	5.8017E-06	0.0108	Dentro de las muestras	0.002146	4	0.0005365		<b>Total</b>	0.002152	5			<b>(Valor crítico) F=</b>	7.7086				<b>p-valor=</b>	0.92218			
FUENTE DE VARIACIÓN	SUMA DE CUADRADOS	GRADOS DE LIBERTAD	CUADRADO MEDIO	F																														
Entre las muestras	0.0000058017	1	5.8017E-06	0.0108																														
Dentro de las muestras	0.002146	4	0.0005365																															
<b>Total</b>	0.002152	5																																
<b>(Valor crítico) F=</b>	7.7086																																	
<b>p-valor=</b>	0.92218																																	
<p><b>Límite de Cuantificación</b></p>																																		
<p>Datos para la curva de calibración para el límite de cuantificación:</p>																																		
<table border="1" style="margin-left: auto; margin-right: auto; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="text-align: center;">Estándar</th> <th style="text-align: center;">Abs 1</th> <th style="text-align: center;">Abs 2</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;"><b>2</b></td> <td style="text-align: center;">0.0223</td> <td style="text-align: center;">0.0246</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>5</b></td> <td style="text-align: center;">0.0588</td> <td style="text-align: center;">0.0616</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>10</b></td> <td style="text-align: center;">0.118</td> <td style="text-align: center;">0.1164</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>15</b></td> <td style="text-align: center;">0.1751</td> <td style="text-align: center;">0.1761</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;"><b>20</b></td> <td style="text-align: center;">0.2272</td> <td style="text-align: center;">0.2298</td> </tr> </tbody> </table>					Estándar	Abs 1	Abs 2	<b>2</b>	0.0223	0.0246	<b>5</b>	0.0588	0.0616	<b>10</b>	0.118	0.1164	<b>15</b>	0.1751	0.1761	<b>20</b>	0.2272	0.2298												
Estándar	Abs 1	Abs 2																																
<b>2</b>	0.0223	0.0246																																
<b>5</b>	0.0588	0.0616																																
<b>10</b>	0.118	0.1164																																
<b>15</b>	0.1751	0.1761																																
<b>20</b>	0.2272	0.2298																																

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>11 DE 24</b>



**Figura N° 4** Curva de calibración para Absorbancia 1



**Figura N° 5** Curva de calibración para Absorbancia 2

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA.</b>	<b>PAGINAS</b> <b>12 DE 24</b>

Valores obtenidos en la concentración del blanco:

BLANCOS	ABS	ECUACION RECTA		CONCENTRACION DEL BLANCO
		PENDIENTE	INTERCEPTO	
1	0.0013	0.0114	0.0015	-0.0175
2	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
3	0.0012	0.0114	0.0015	-0.0263
4	0.0004	0.0114	0.0015	-0.0965
5	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
6	0.0010	0.0114	0.0031	-0.1842
7	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
8	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
9	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
10	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
			<b>DESVIACION</b>	0.0559

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>																																												
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>13 DE 24</b>																																											
<p>- <b>Robustez</b></p> <p>Resultados del análisis de la robustez:</p> <table border="1" data-bbox="310 835 1419 1604"> <thead> <tr> <th>VARIABLE</th> <th>ABSORBANCIA</th> <th>MEDIA ARITMETICA</th> <th>l di l Porcentaje (%)</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td rowspan="2"><b>NORMAL</b></td> <td>0.0090</td> <td rowspan="2">0.0092</td> <td rowspan="2"></td> </tr> <tr> <td>0.0094</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>HNO3</b></td> <td>0.0088</td> <td rowspan="2">0.0090</td> <td rowspan="2">-0.02%</td> </tr> <tr> <td>0.0092</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>HCl DOBLE</b></td> <td>0.0106</td> <td rowspan="2">0.0106</td> <td rowspan="2">0.14%</td> </tr> <tr> <td>0.0106</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>SIN MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b></td> <td>0.0106</td> <td rowspan="2">0.0102</td> <td rowspan="2">0.09%</td> </tr> <tr> <td>0.0097</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>DOBLE MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b></td> <td>0.0107</td> <td rowspan="2">0.0117</td> <td rowspan="2">0.25%</td> </tr> <tr> <td>0.0126</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>MODIFICADOR 1/2</b> <b>(Solución de Paladio)</b></td> <td>0.0116</td> <td rowspan="2">0.0114</td> <td rowspan="2">0.22%</td> </tr> <tr> <td>0.0112</td> </tr> <tr> <td rowspan="2"><b>Sodio 1000 ppm</b></td> <td>0.0104</td> <td rowspan="2">0.0114</td> <td rowspan="2">0.22%</td> </tr> <tr> <td>0.0124</td> </tr> <tr> <td><b>Sodio 1500 ppm</b></td> <td>0.0113</td> <td>0.0116</td> <td>0.24%</td> </tr> </tbody> </table> <p>• <b>Interpretación de resultados:</b></p> <p>- <b>Intervalo lineal:</b> Los datos de coeficiente de regresión indican que la curva de calibración de los estándares de plomo cumple con el criterio de aceptación de <math>r^2</math> igual o mayor a 0.98 y el IC (<math>\beta_1</math>) no incluye al cero por lo cual cuenta con un intervalo lineal adecuado para la determinación de agua superficiales por Espectrofotometría de Absorción Atómica.</p>			VARIABLE	ABSORBANCIA	MEDIA ARITMETICA	l di l Porcentaje (%)	<b>NORMAL</b>	0.0090	0.0092		0.0094	<b>HNO3</b>	0.0088	0.0090	-0.02%	0.0092	<b>HCl DOBLE</b>	0.0106	0.0106	0.14%	0.0106	<b>SIN MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0106	0.0102	0.09%	0.0097	<b>DOBLE MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0107	0.0117	0.25%	0.0126	<b>MODIFICADOR 1/2</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0116	0.0114	0.22%	0.0112	<b>Sodio 1000 ppm</b>	0.0104	0.0114	0.22%	0.0124	<b>Sodio 1500 ppm</b>	0.0113	0.0116	0.24%
VARIABLE	ABSORBANCIA	MEDIA ARITMETICA	l di l Porcentaje (%)																																										
<b>NORMAL</b>	0.0090	0.0092																																											
	0.0094																																												
<b>HNO3</b>	0.0088	0.0090	-0.02%																																										
	0.0092																																												
<b>HCl DOBLE</b>	0.0106	0.0106	0.14%																																										
	0.0106																																												
<b>SIN MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0106	0.0102	0.09%																																										
	0.0097																																												
<b>DOBLE MODIFICADOR</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0107	0.0117	0.25%																																										
	0.0126																																												
<b>MODIFICADOR 1/2</b> <b>(Solución de Paladio)</b>	0.0116	0.0114	0.22%																																										
	0.0112																																												
<b>Sodio 1000 ppm</b>	0.0104	0.0114	0.22%																																										
	0.0124																																												
<b>Sodio 1500 ppm</b>	0.0113	0.0116	0.24%																																										

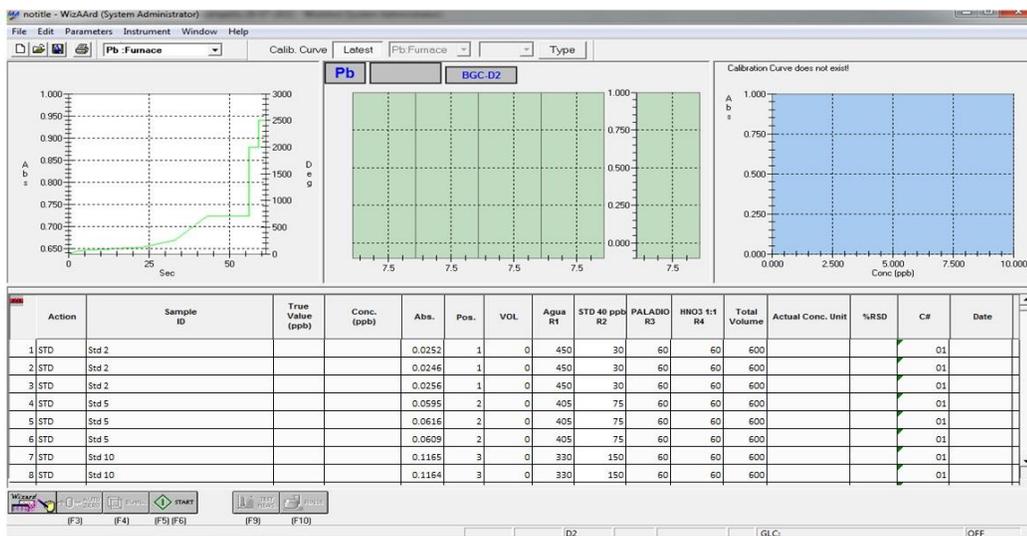
	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>14 DE 24</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>Intervalo de trabajo:</b> El intervalo de trabajo cumple con el criterio de <math>r^2</math> de ser igual o mayor a 0.95, con un coeficiente de correlación lineal de <math>r^2 = 0.9999</math> que se puede observar en la figura N°6 y el <math>CV_{y/x}</math> cumple con el criterio de aceptación que es menor o igual a 3%, por lo tanto, indica que la respuesta analítica (absorbancia) es representativa con respecto a la concentración de plomo en estudio.</li> <li>- <b>Exactitud:</b> Los resultados de la exactitud indican que el método Espectrofotométrico de Absorción Atómica por Horno de Grafito es exacto, debido que el coeficiente de variación es menor al 3% y el intervalo de confianza cumple con el criterio de aceptación que es del 97 – 103%</li> <li>- <b>Repetibilidad:</b> El porcentaje de coeficiente de variación de la repetibilidad por cada concentración de estándar se encuentra con valores menores o igual al 3% en todos los niveles de concentración, es decir que cumple con los parámetros establecidos.</li> <li>- <b>Precisión Intermedia:</b> El coeficiente de variación obtenida entre primer analista y segundo analista fueron inferior al 3% indicando que contiene una representatividad en su coeficiente de variación. Los resultados obtenidos en la varianza ANOVA se puede observar el valor de F que es de 0.0108 es menor que el valor crítico F es de 7.7086, concluimos que la hipótesis nula se acepta porque el valor de F es menor al valor crítico F. Por lo que no hay diferencia significativa entre la precisión alcanzada entre analistas.</li> <li>- <b>Límite de Cuantificación:</b> Los resultados obtenidos, la cantidad más pequeña del analito en una muestra que puede ser cuantitativamente determinada con una exactitud aceptable es de 0.559 <math>\mu\text{g/L}</math>, por lo tanto, la metodología empleada para la determinación de plomo en agua superficial por Espectrofotometría de Absorción Atómica es adecuado, ya que la concentración máxima de plomo en agua superficiales permitida por el Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 es de 10 <math>\mu\text{g/L}</math> de Plomo.</li> <li>- <b>Robustez:</b> De acuerdo a los resultados obtenidos, se puede apreciar las 7 variables indicadas para la determinación de robustez que el valor absoluto se encuentra por debajo del 3%, por lo que se concluye que las variaciones realizadas en el método no tienen importancia significativa, por lo tanto, el método ensayado es robusto.</li> </ul>		

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>			
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>			<b>PAGINAS</b> <b>15 DE 24</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Cuadro resumen de los resultados obtenidos en los parámetros de desempeño.</li> </ul>				
Parámetro de Desempeño	Reportar	Criterios de Aceptación	Resultados	Dictamen
<b>Intervalo lineal</b>	Coeficiente de determinación ( $r^2$ )	$\geq 0.98$	0.9998	Cumple
	Intervalo de confianza de la pendiente IC ( $\beta_1$ )	No debe incluir el cero	IC ( $\beta_1$ ) = 0.0105, 0.0123	Cumple
<b>Intervalo de trabajo</b>	Coeficiente de determinación ( $r^2$ )	$\geq 0.95$	0.9999	Cumple
	Intervalo de confianza del intercepto IC ( $\beta_0$ )	Debe incluir el cero	-0.0176, 0.0216	Cumple
	El coeficiente de variación	$\leq 3\%$ por ser método espectrofotométrico	2.25%	Cumple
<b>Exactitud</b>	Porcentaje de recobro	97% - 103%	97% - 102%	Cumple
	Coeficiente de variación	$\leq 3\%$ por ser método espectrofotométrico	2.0185%	Cumple
	El intervalo de confianza para la media poblacional IC ( $\mu$ )	97% - 103%	99% - 101%	Cumple
<b>Repetibilidad</b>	Coeficiente de variación	$\leq 3\%$ por ser método espectrofotométrico	1.15%	Cumple

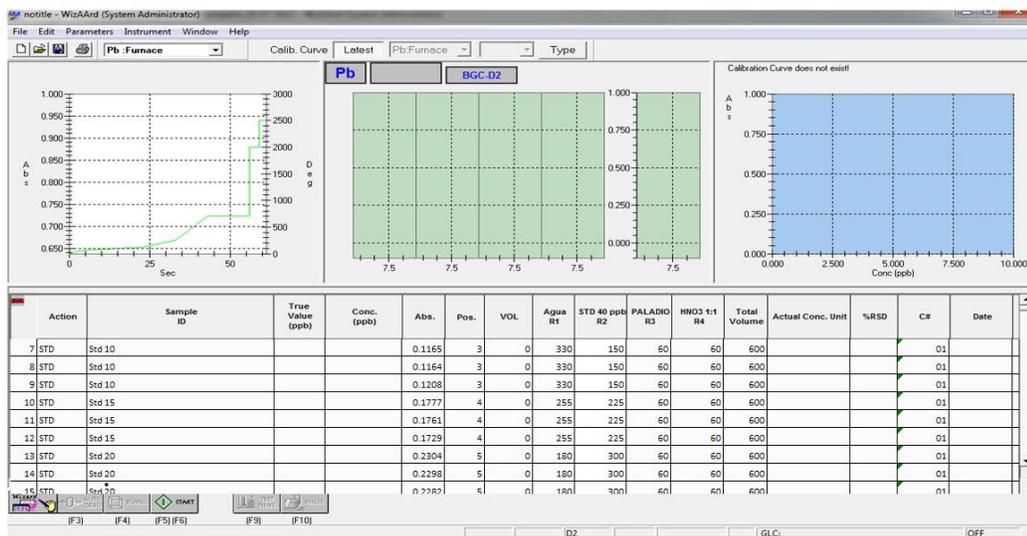
	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>			
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>			<b>PAGINAS</b> <b>16 DE 24</b>
Parámetro de Desempeño	Reportar	Criterios de Aceptación	Resultados	Dictamen
<b>Precisión intermedia</b>	Coeficiente de variación	≤ 3% por ser método espectrofotométrico	1.66%	Cumple
	Varianza ANOVA <b>La hipótesis nula:</b> Que las dos medias de la población son iguales.  <b>La hipótesis alternativa:</b> Que al menos una es diferente.	Para la hipótesis nula:  F < Valor crítico F: Se Acepta  F > Valor crítico F: Se rechaza	0.0108 < 7.7086	Cumple
<b>Límite de Cuantificación</b>	Según los datos de concentración de Plomo en agua	-----	0.559 µg / L	Cumple
<b>Robustez</b>	Porcentaje del valor absoluto	di   ≤ 3 % para método espectrofotométrico	1. -0.02% 2. 0.14% 3. 0.09% 4. 0.25% 5. 0.22% 6. 0.22% 7. 0.24%	Cumple
<ul style="list-style-type: none"> <li>• <b>Dictamen:</b> Los resultados obtenidos en los parámetros de desempeño por Espectrofotometría de Absorción Atómica en agua superficial cumple con los parámetros establecidos el método es confiable y certero, así mismo los resultados del manantial de agua natural ubicado en Hacienda San Diego, municipio de La Libertad, departamento de La Libertad, El Salvador cumple con los requisitos establecido por la Reglamento Técnico Salvadoreño de Agua. Agua de consumo humano. Requisitos de calidad e inocuidad y es Apta para consumo humano.</li> <li>• <b>Datos crudos de cada parámetro de desempeño por el Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica</b></li> </ul> <p>A continuación, se presenta cada parámetro desempeño con sus datos crudos:</p>				

	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b>  <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b>  <b>17 DE 24</b></p>

- Intervalo lineal



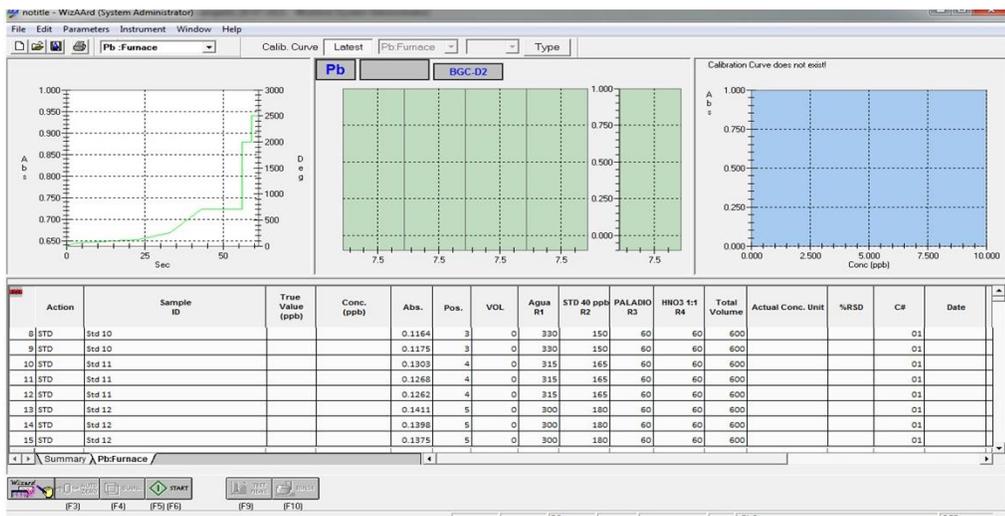
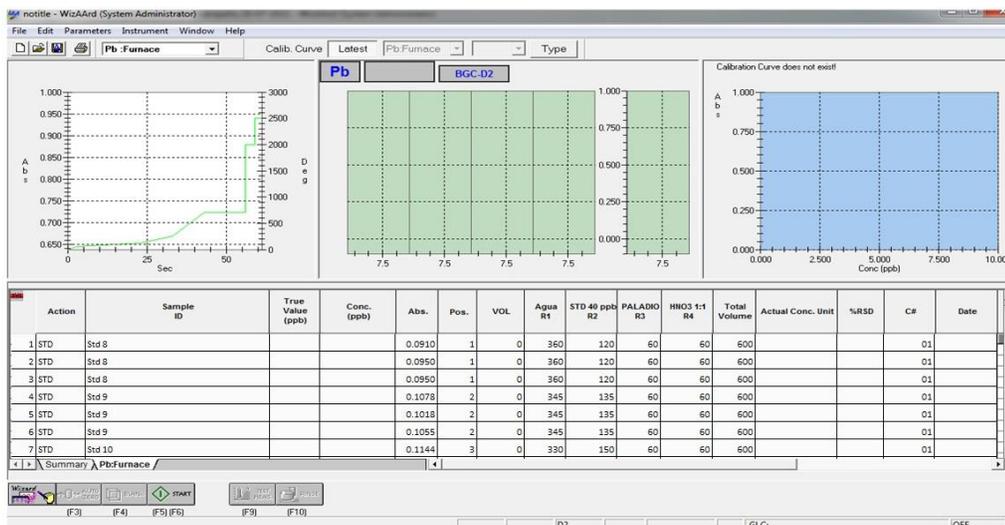
Action	Sample ID	True Value (ppb)	Conc. (ppb)	Abs.	Pos.	VOL	Agua R1	STD 40 ppb R2	PALADIO R3	HN03 1:1 R4	Total Volume	Actual Conc. Unit	%RSD	C#	Date
1 STD	Std 2			0.0252	1	0	450	30	60	60	600			01	
2 STD	Std 2			0.0246	1	0	450	30	60	60	600			01	
3 STD	Std 2			0.0256	1	0	450	30	60	60	600			01	
4 STD	Std 5			0.0595	2	0	405	75	60	60	600			01	
5 STD	Std 5			0.0616	2	0	405	75	60	60	600			01	
6 STD	Std 5			0.0609	2	0	405	75	60	60	600			01	
7 STD	Std 10			0.1165	3	0	330	150	60	60	600			01	
8 STD	Std 10			0.1164	3	0	330	150	60	60	600			01	



Action	Sample ID	True Value (ppb)	Conc. (ppb)	Abs.	Pos.	VOL	Agua R1	STD 40 ppb R2	PALADIO R3	HN03 1:1 R4	Total Volume	Actual Conc. Unit	%RSD	C#	Date
7 STD	Std 10			0.1165	3	0	330	150	60	60	600			01	
8 STD	Std 10			0.1164	3	0	330	150	60	60	600			01	
9 STD	Std 10			0.1208	3	0	330	150	60	60	600			01	
10 STD	Std 15			0.1777	4	0	255	225	60	60	600			01	
11 STD	Std 15			0.1761	4	0	255	225	60	60	600			01	
12 STD	Std 15			0.1729	4	0	255	225	60	60	600			01	
13 STD	Std 20			0.2304	5	0	180	300	60	60	600			01	
14 STD	Std 20			0.2298	5	0	180	300	60	60	600			01	
15 STD	Std 20			0.2292	5	0	180	300	60	60	600			01	

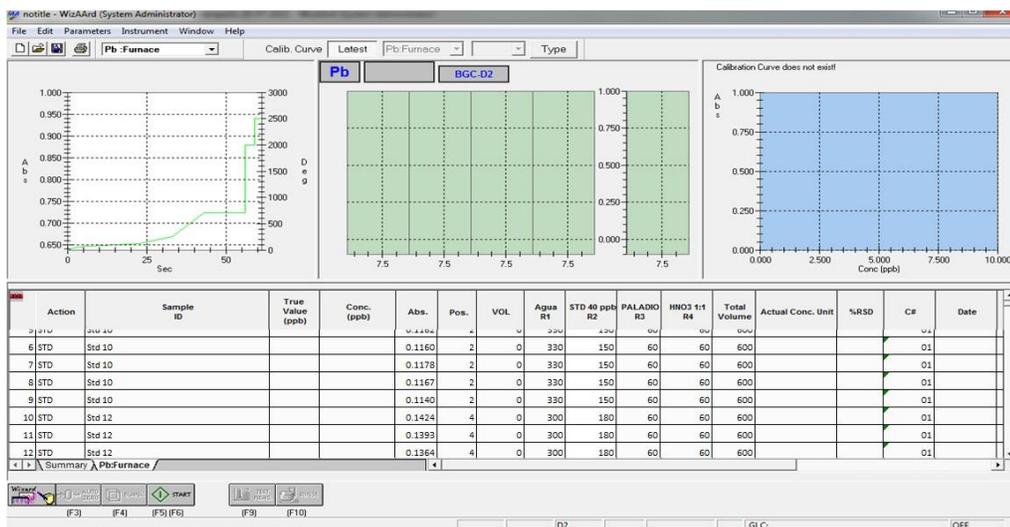
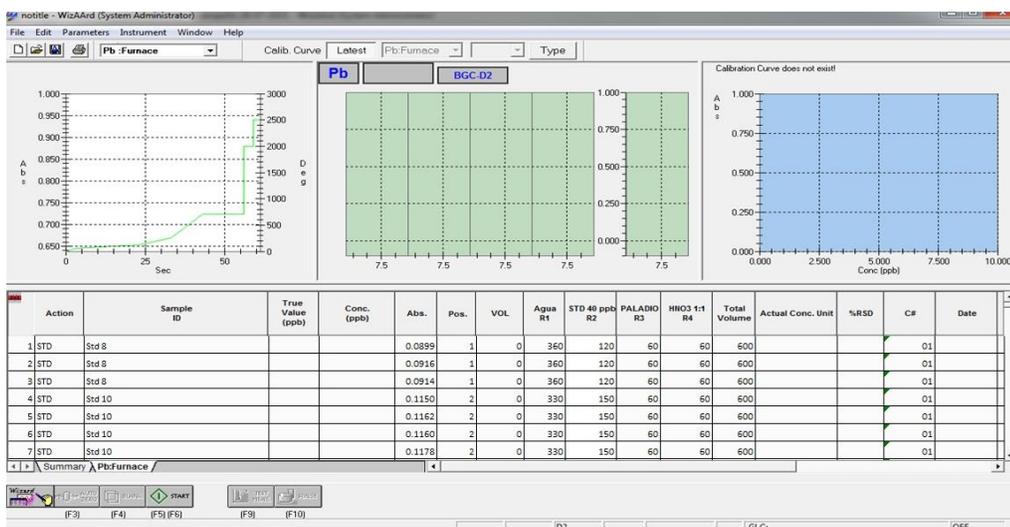
	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b>  <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b>  <b>18 DE 24</b></p>

- Intervalo de trabajo



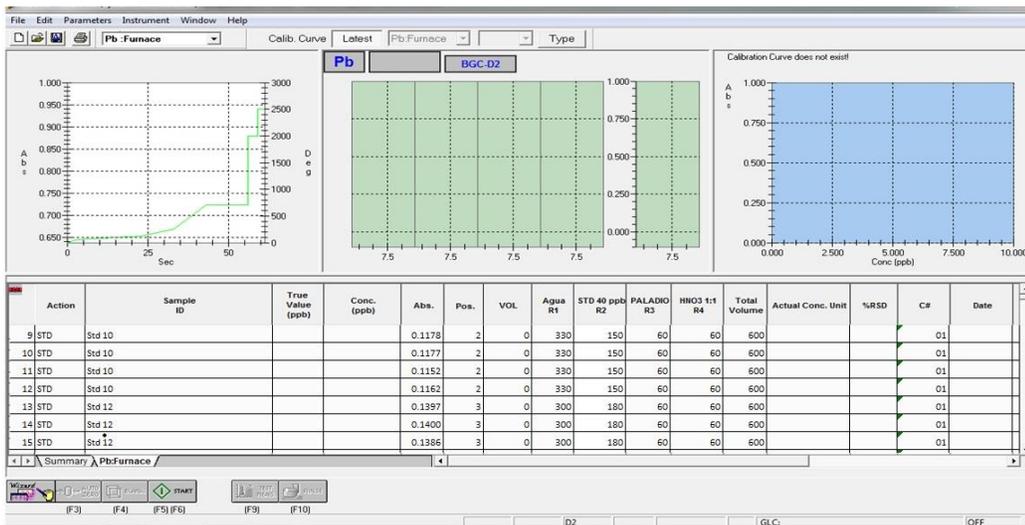
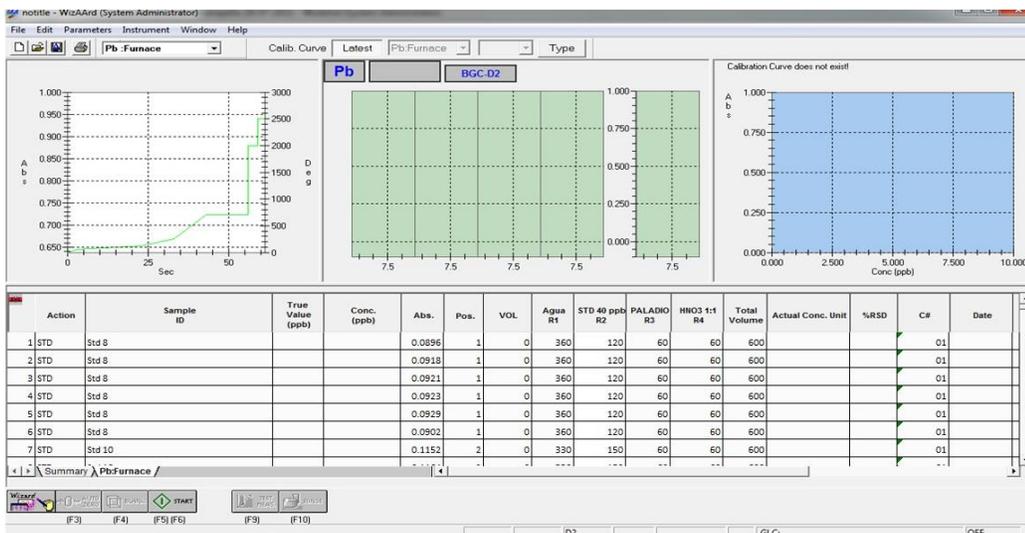
	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b> <b>19 DE 24</b></p>

**- Exactitud**



	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b> <b>20 DE 24</b></p>

- Repetibilidad





**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA**



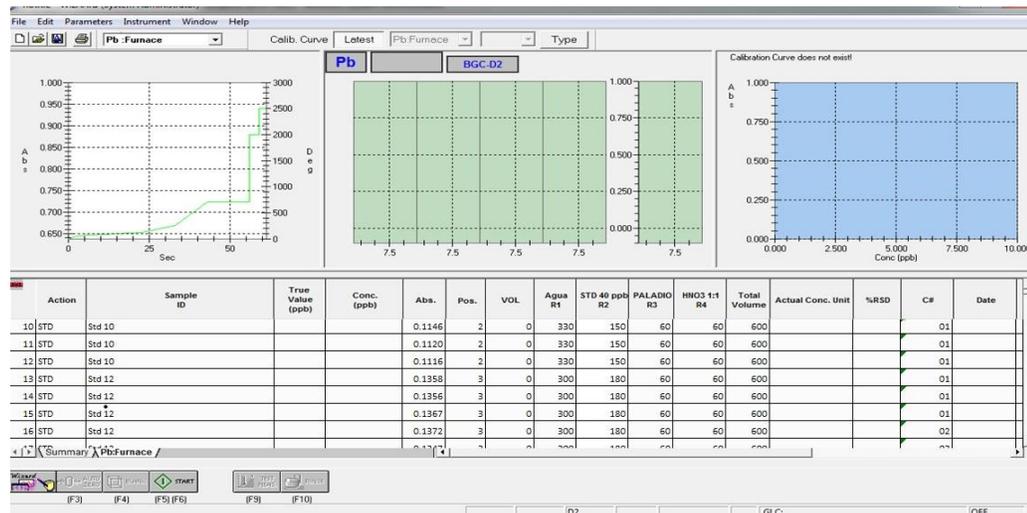
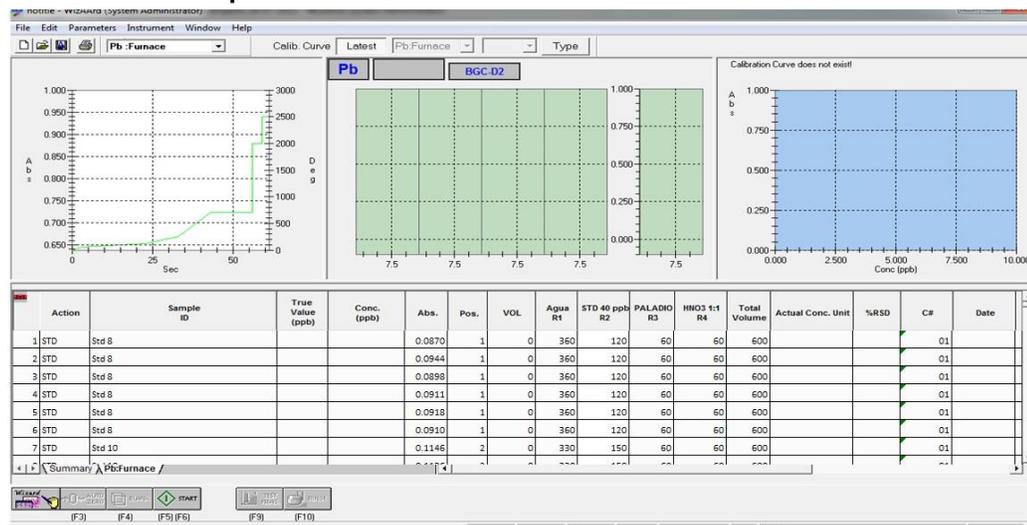
**CODIGO  
QAG-022022**

**INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO  
PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS  
SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE  
ABSORCION ATOMICA**

**PAGINAS  
21 DE 24**

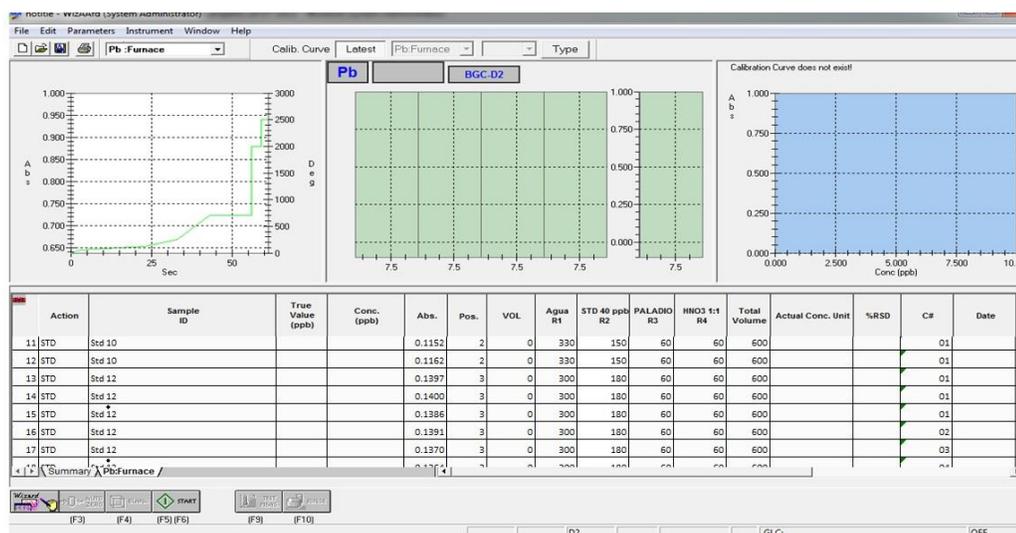
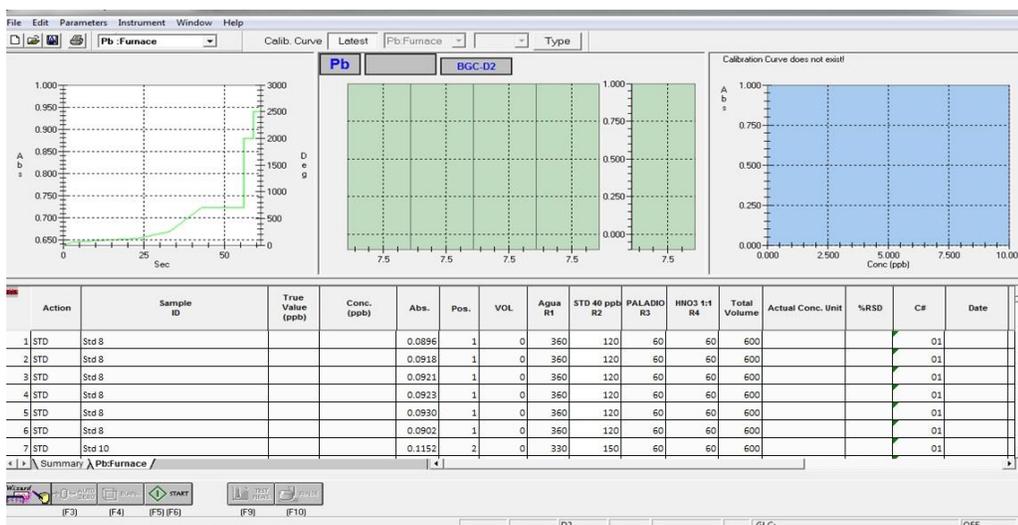
- **Precisión Intermedia**

**Datos crudos del primer analista**



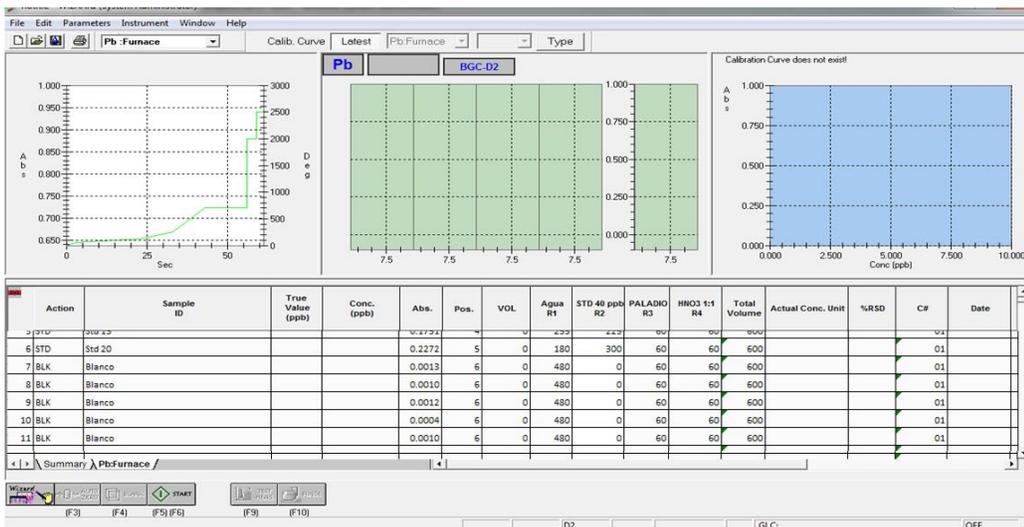
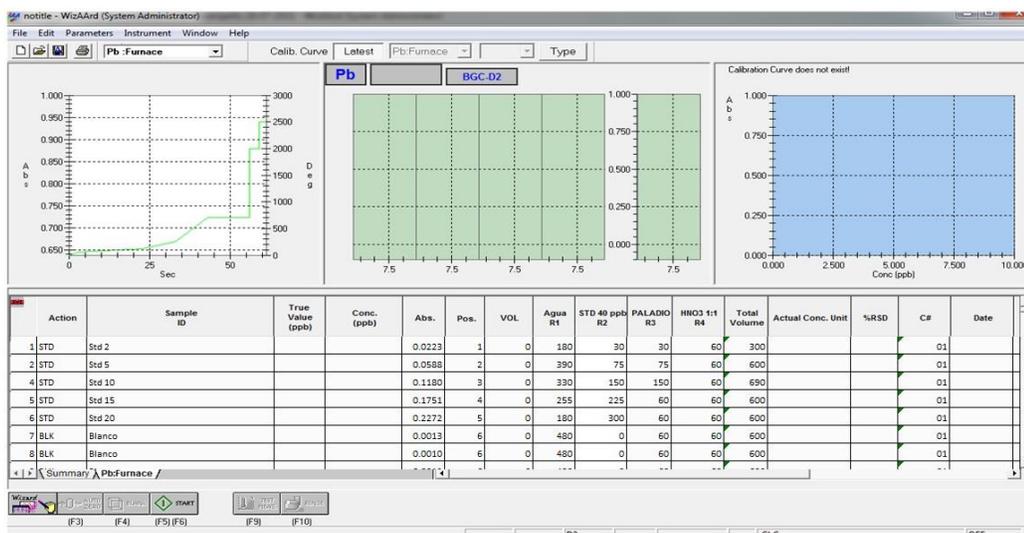
	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b>  <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b>  <b>22 DE 24</b></p>

**Datos crudos del segundo analista**



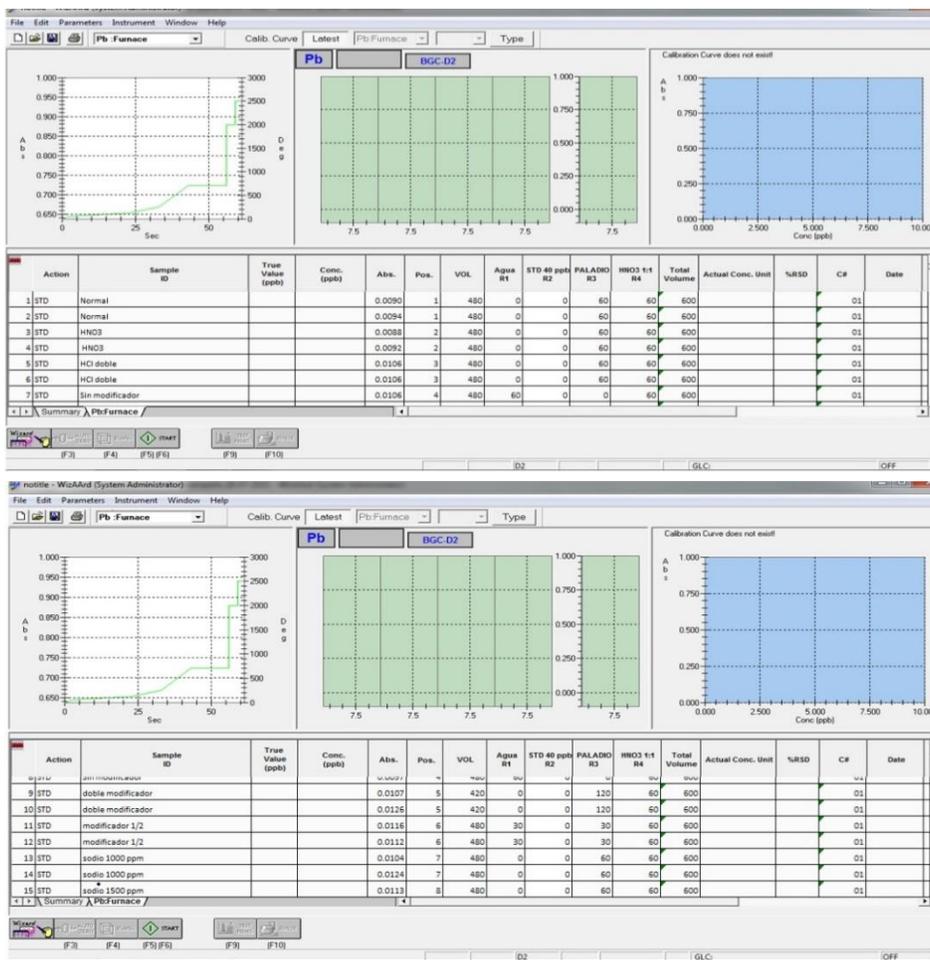
	<p><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b>  <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b>  <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b></p>	
<p><b>CODIGO</b>  <b>QAG-022022</b></p>	<p><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b>  <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b>  <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b>  <b>ABSORCION ATOMICA</b></p>	<p><b>PAGINAS</b>  <b>23 DE 24</b></p>

- Límite de Cuantificación



	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>	
<b>CODIGO</b> <b>QAG-022022</b>	<b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO</b> <b>PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS</b> <b>SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE</b> <b>ABSORCION ATOMICA</b>	<b>PAGINAS</b> <b>24 DE 24</b>

- Robustez



Action	Sample ID	True Value (ppb)	Conc. (ppb)	Abs.	Pos.	VOL	Agua R1	STD 40 ppb R2	PALADIO R3	HNO3 1:1 R4	Total Volume	Actual Conc. Unit	%RSD	CF	Date
1 STD	Normal			0.0090	1	480	0	0	60	60	600				01
2 STD	Normal			0.0094	1	480	0	0	60	60	600				01
3 STD	HNO3			0.0088	2	480	0	0	60	60	600				01
4 STD	HNO3			0.0092	2	480	0	0	60	60	600				01
5 STD	HCl doble			0.0106	3	480	0	0	60	60	600				01
6 STD	HCl doble			0.0106	3	480	0	0	60	60	600				01
7 STD	Sin modificador			0.0106	4	480	60	0	0	60	600				01
9 STD	doble modificador			0.0107	5	420	0	0	120	60	600				01
10 STD	doble modificador			0.0126	5	420	0	0	120	60	600				01
11 STD	modificador 1/2			0.0116	6	480	30	0	30	60	600				01
12 STD	modificador 1/2			0.0112	6	480	30	0	30	60	600				01
13 STD	sodio 1000 ppm			0.0104	7	480	0	0	60	60	600				01
14 STD	sodio 1000 ppm			0.0124	7	480	0	0	60	60	600				01
15 STD	sodio 1500 ppm			0.0113	8	480	0	0	60	60	600				01

ELABORADO POR:  
Eunice Beltrán

REVISADO POR:  
Lic. Emerson Martínez

APROBADO POR:  
Lic. M.Sc. Freddy Carranza

**CAPITULO VI**  
**CONCLUSIONES**

## VI. CONCLUSIONES

1. El protocolo de parámetros de desempeño, es importante porque sirve de guía para demostrar que un método analítico cumple con las especificaciones deseadas.
2. El diseño de las hojas de cálculos en Excel, demuestra que los cálculos son certero y confiables para cada parámetro de desempeño.
3. De acuerdo a los resultados de cada parámetro de desempeño utilizado, quedó demostrado que el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica por Horno de Grafito es confiable para la aplicación propuesta en el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la Universidad de El Salvador.
4. Los datos obtenidos en los análisis de repetibilidad y precisión intermedia, se presentó un coeficiente de variación menor al 3%, indicativo de que el método es preciso para el análisis de agua de plomo.
5. De acuerdo con los resultados obtenidos para el límite de cuantificación, se puede asegurar la cantidad mínima que el equipo puede cuantificar, por lo tanto cumplen con los requisitos de calidad e inocuidad de agua para consumo humano.
6. El informe de validación permite conocer los resultados globales obtenidos en cada parámetro de desempeño para demostrar que el método por Espectrofotometría de Absorción Atómica es confiable.

**CAPITULO VII**  
**RECOMENDACIONES**

## VII. RECOMENDACIONES

1. En futuras investigación realizar calibración y mantenimiento cada año en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica.
2. El Analista al analizar el agua debe seguir con el protocolo de validación para una excelente evaluación y así evitar posibles errores en el método de Espectrofotometría de Absorción Atómica en aguas superficiales en plomo.
3. Al realizar las lecturas de las muestras, se debe garantizar, en la medida de lo posible el análisis bajo las mismas condiciones de trabajo para cada parámetro de desempeño, con la finalidad de disminuir posibles errores.
4. Para el almacenamiento de patrones, estándares y muestras, deben guardarse en recipientes plásticos ya que los metales en solución reaccionan con el vidrio y esto causa cambios en la concentración o pérdidas de analito.
5. En futuras investigaciones realizar validación a cada uno de las hojas de cálculos de los parámetros desempeño.

## BIBLIOGRAFIA

1. Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biológicos México, A.C. (2012). Guía de validación de métodos analíticos. México: Autor.
2. Escalante, R. (agosto, 2015) Evaluación de parámetros de desempeño del método espectrofotométrico Rojo Carmín para la determinación de Boro en suelos agrícolas. Universidad de El Salvador, San Salvador.
3. González, L. Recinos, J. (Julio, 2015) Determinación de la concentración de plomo y Arsénico en agua para consumo animal y en leche cruda en cuatro ganaderías de el salvador. Universidad de El Salvador, San Salvador.
4. Gutiérrez, M. Validación y determinación de plomo, arsénico y mercurio en especies marinas por Espectrometría de Absorción Atómica. Universidad de El Salvador.
5. Japanese Industrial Standard JIS K-102-1993. Testing methods for industrial waste water. Environmental standard concerning water contamination.
6. Mañay, N. Clavijo, G. Díaz, L. Absorción atómica con horno de grafito. Capítulo 5, pág. 79-81.
7. Organismo Salvadoreño de Reglamentación Técnica. (OSARTEC). (2013). Reglamento técnico Centroamericano 11.03.39:06. Reglamento de productos farmacéuticos. Validación de métodos analíticos para la evaluación de la calidad de productos farmacéuticos. Centro América: Autor.
8. Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA). (2017). G 9.6 validación de métodos analíticos fisicoquímicos versión 2, aprobado: 2017/05/23, pág. 1-28.
9. Robledo, L. Castaño, A. (2012). Validación de la metodología para el análisis de los metales cadmio y plomo en agua tratada por absorción atómica con horno de grafito en el laboratorio de análisis de aguas y alimentos de la universidad tecnológica de Pereira. Universidad tecnológica de Pereira, Colombia.

10. Sanmiguel, J., Guerrero, S. (2017) Validación del método para determinar Pb, Cd, Ni por espectrometría de absorción atómica de llama en agua y suelo. Orellana -Ecuador.
11. United States Pharmacopeial Convention, In. (2019). The United States Pharmacopeia thirty revision USP 42. U.S.A: Autor.

## GLOSARIO

**Exactitud:** La exactitud de un procedimiento analítico es la proximidad entre los resultados de la prueba obtenidos mediante ese procedimiento y el valor verdadero. <sup>(10)</sup>

**Límite de cuantificación:** Es la mínima cantidad de analito en una muestra que se puede determinar con precisión y exactitud aceptables en las condiciones experimentales indicadas. El límite de cuantificación se expresa habitualmente en forma de concentración de analito en la muestra. <sup>(11)</sup>

**Linealidad del método:** es su capacidad para obtener resultados de prueba que sean proporcionales ya sea directamente, o por medio de una transformación matemática bien definida, a la concentración de analito en muestras en un intervalo dado. <sup>(11)</sup>

**Linealidad del sistema:** Capacidad de un instrumento de medición para proporcionar una indicación que tenga una relación lineal con una magnitud determinada, distinta de una magnitud de influencia. <sup>(2)</sup>

**Precisión:** es el grado de concordancia entre los resultados de las pruebas individuales cuando se aplica el procedimiento repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea. <sup>(7,11)</sup>

**Precisión intermedia:** Precisión de un método analítico, expresada como la concordancia relativa obtenida entre determinaciones independientes realizadas en un mismo laboratorio, por diferentes analistas, en distintos días. <sup>(1)</sup>

**Repetibilidad:** Precisión en condiciones de repetibilidad, es decir, condiciones según las cuales los resultados independientes de una prueba se obtienen con el mismo método, sobre objetos de prueba idénticos, en el mismo laboratorio, por el mismo operador, usando el mismo equipo y dentro de intervalos de tiempo cortos. <sup>(1)</sup>

**Robustez:** La "robustez" de un procedimiento analítico es "una medida de su capacidad para permanecer no afectado por pequeñas variaciones premeditadas de los parámetros del método. La robustez proporciona una indicación de la fiabilidad del método durante su uso normal. <sup>(5)</sup>

**Selectividad:** Describe la habilidad de un procedimiento analítico para diferenciar entre varias sustancias en la muestra y es aplicable a métodos en los que dos o más componentes son separados y cuantificados en una matriz compleja. <sup>(1)</sup>

## **ANEXOS**

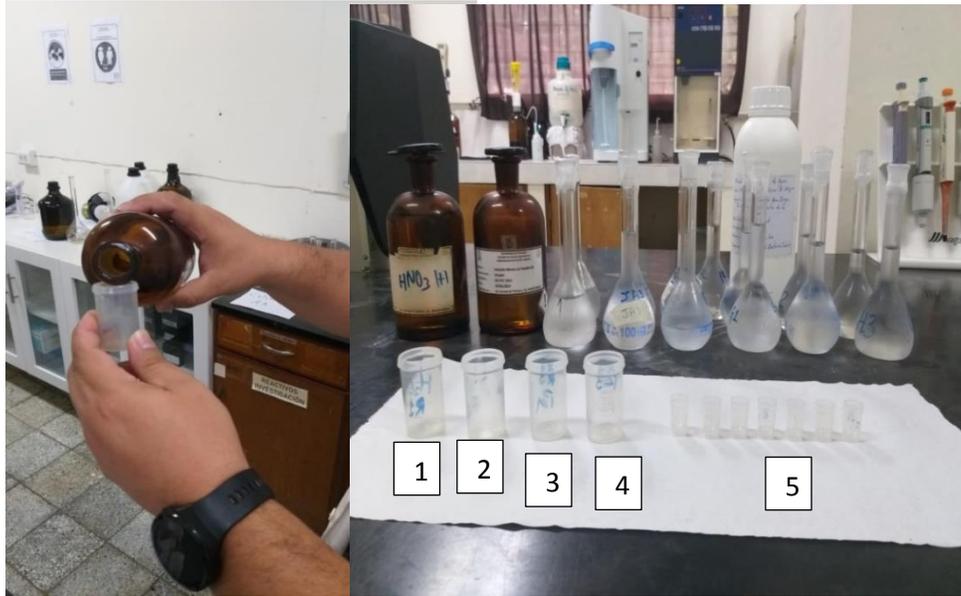
**ANEXO N° 1**  
**MANEJO DEL EQUIPO DE SHIMADZU AA7000**

### **Procedimiento de manejo del equipo:**

1. Proceder a encender el equipo de absorción atómica con horno de grafito, así también encender el automuestreador y el horno de grafito.
2. Abrir la válvula correspondiente al cilindro de gas argón.
3. Entrar al programa del equipo (Wizard).
4. Seleccionar el elemento a determinar (Pb).
5. Introducir los parámetros de lectura (el equipo automáticamente colocará la secuencia de calentamiento de las temperaturas).
6. Encender la lámpara.
7. Dejar que se estabilice por 15 minutos.
8. Introducir los parámetros de lectura de la curva de calibración (2, 5, 10, 20 ppb).
9. Conectar y enviar los parámetros establecidos hacia el equipo.
10. Digitar en el programa del equipo las posiciones de las muestras en el automuestreador. (En la misma hoja se observa la curva de calibración.)
11. Colocar en el automuestreador el blanco, los estándares, reactivos y muestras según las posiciones correspondientes.
12. Proceder a encender el Horno de Grafito.
13. Mantener el equipo encendido por 10 minutos para que se estabilice.
14. Presionar el botón de start y automáticamente el equipo inicia las lecturas.

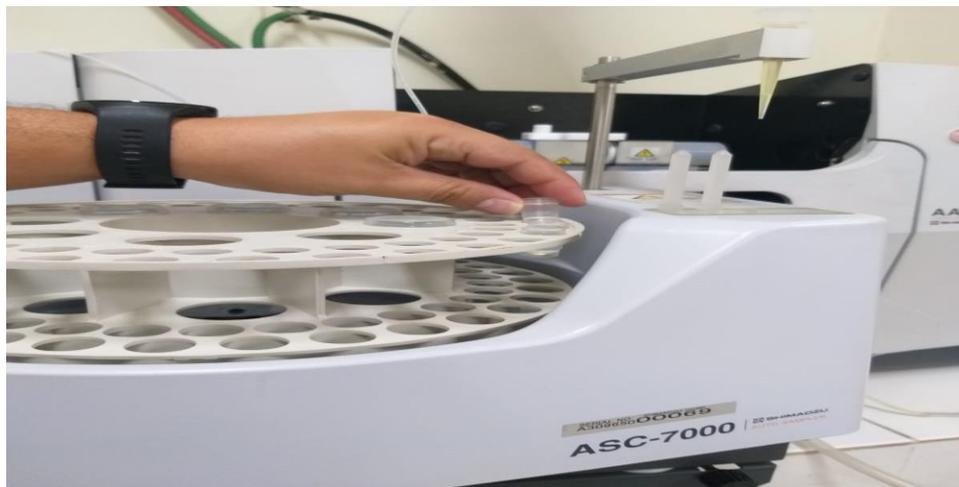
### **Condiciones de la Medición:**

1. Longitud de onda: 283.3 nm
2. Rango de concentración de la curva de calibración: 2 a 20  $\mu\text{g/mL}$
3. Tubo: Tubo de grafito de alta densidad.
4. Volumen de inyección de la muestra: 20  $\mu\text{L}$
5. Corriente de lámpara: 8 mA
6. Ancho de rendija: 0.7 nm
7. RSD: 3



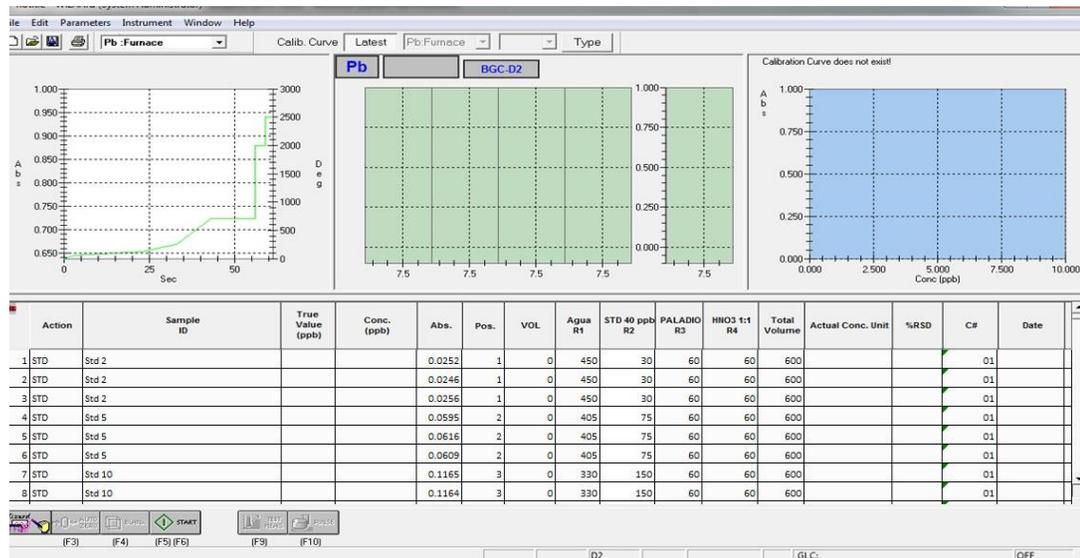
**Figura N° 9** Procedimiento de preparación de muestra y estándares

En la figura N° 9 se observar las celdas de dilución numerados del 1 al 5 que contendrán los siguientes reactivos: 1. Solución Stock de Pb 40 ppb, 2. Ácido nítrico, 3. Solución de Nitrato de paladio. 4. Agua bidestilada, 5. Las muestras.



**Figura N° 10** Preparación del equipo y lectura de la muestra de agua por el Espectrofotómetro de Absorción Atómica en el Laboratorio de Química Agrícola de la Facultad de Ciencias Agronómicas

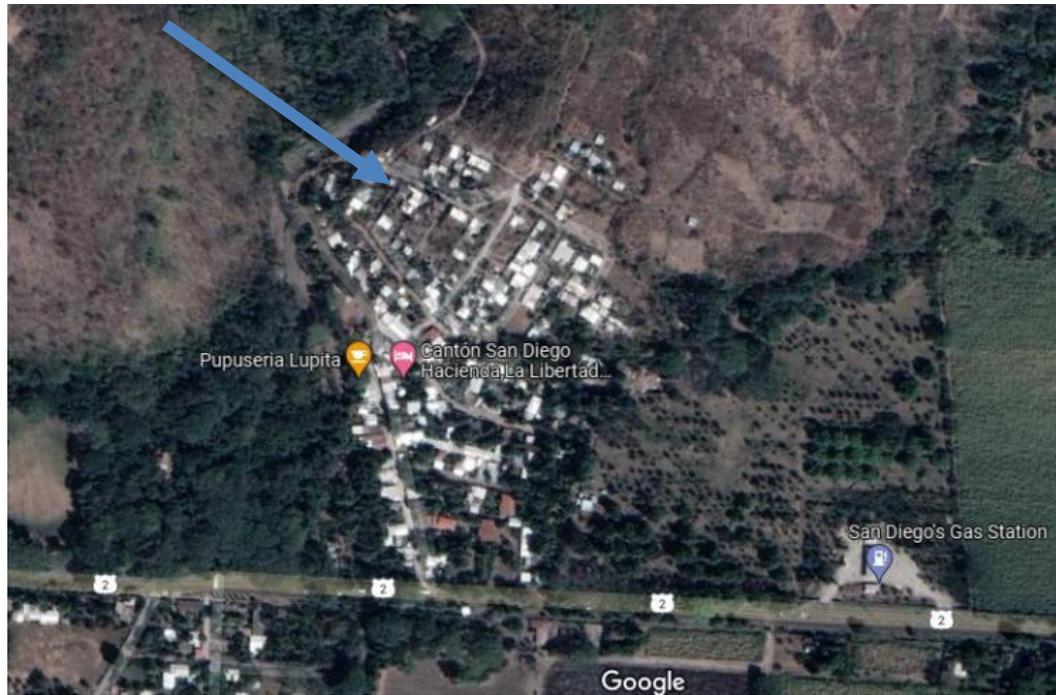
La Figura N° 10 representa la parte del equipo donde se colocan celdas de dilución numerados del 1 al 5, se programa el equipo en la posición que esta cada vial para realizar la inyección según las concentraciones requerida en cada análisis.



**Figura N° 11** Pantalla de programa para la digitación de cada parámetro.

En la figura N° 11 se observa la digitación de la secuencia donde se introduce los datos en las casillas siguientes: Sample: se coloca el nombre de cada concentración, Vol: es la cantidad de muestra que se agregara, Agua R1: la cantidad de agua agregada, Std 40 ppb R2: es la cantidad de la concentración de estándar de plomo, Paladio R3: es la cantidad de Paladio que se agrega, HNO3 1:1 R4: es la cantidad de ácido nítrico agregada, Total volumen: es el dado final de cada vial que es 600 µL.

**ANEXO N°2**  
**CROQUIS DEL LUGAR DEL NACIMIENTO DE AGUA**

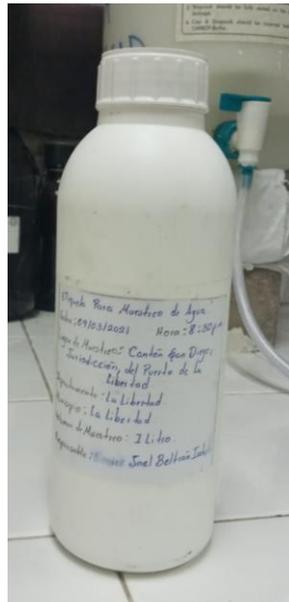


**Figura N° 12** Ubicación del Cantón San Diego para la toma de muestra

**ANEXO N°3**  
**FORMATO DE ETIQUETA Y FRASCO DE RECOLECCION DE MUESTRA**

<b>ETIQUETA PARA MUESTREO DE AGUA</b>	
<b>FECHA:</b>	<b>HORA:</b>
<b>LUGAR DE MUESTREO:</b>	
<b>MUNICIPIO:</b>	
<b>DEPARTAMENTO:</b>	
<b>VOLUMEN DE MUESTREO:</b>	
<b>RESPONSABLE:</b>	

**Figura N°13** Formato de etiqueta de muestreo de agua.



**Figura N° 14** Muestra de agua recolectada en el Cantón San Diego, Puerto de la Libertar, La Libertad

**ANEXO N° 4**

**FORMATO DEL PROTOCOLO DE LOS PARAMETROS DE DESEMPEÑO**

	<p align="center">UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</p>	<p align="center">CODIGO QAG-012021</p>
		<p align="center">PAGINAS 1 DE 19</p>
<p align="center"><b>PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Objetivo</li> <li>2. Responsable</li> <li>3. Parámetros a estudiar y los correspondientes criterios de aceptación</li> <li>4. Muestra</li> <li>5. Equipos, reactivos y materiales de referencia involucrados en la validación             <ol style="list-style-type: none"> <li>5.1 Equipos involucrados</li> </ol> </li> <li>6. Reactivos</li> <li>7. Alcance             <ol style="list-style-type: none"> <li>7.1</li> <li>7.2 Materiales</li> <li>7.3 Preparación de estándar</li> <li>7.4 Preparación de reactivos</li> <li>7.5 Preparación de las muestras</li> </ol> </li> <li>8. Procedimiento para la determinación de los parámetros a evaluar</li> <li>9. Referencia del método analítico a validar</li> </ol>		
 <p align="center"><b>ELABORADO POR:</b> EUNICE BELTRÁN</p>	 <p align="center"><b>REVISADO POR:</b> LIC. EMERSON MARTÍNEZ</p>	 <p align="center"><b>APROBADO POR:</b> LIC. FREDDY CARRANZA</p>
<p align="center"><b>FECHA DE EMISION</b></p>	<p align="center"><b>FECHA DE REVISION</b></p>	<p align="center"><b>FECHA DE APROBACION</b></p>

**Figura N° 15** Formato del protocolo de parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales

**ANEXO N°5**  
**MATERIALES, EQUIPO Y REACTIVOS PARA LA DETERMINACION DE**  
**PLOMO EN AGUA SUPERFICIALES**

**Materiales.**

- Balón volumétrico de 100.0 mL
- Balón volumétrico de 200.0 mL
- Balón volumétrico de 500.0 mL
- Embudos de filtración plásticos
- Pipetas volumétricas de 5.0 mL
- Pipetas volumétricas de 4.0 mL
- Pipetas volumétricas de 20.0 mL
- Probeta de 100 mL
- Vaso de precipitado de 100 mL
- Vaso de precipitado de 250 mL
- Agitador
- Perilla
- Whatman N°42

**Equipo.**

- Balanza analítica Shimadzu D307038400
- Hot plate Corning
- Espectrofotómetro de Absorción Atómica Shimadzu AA7000 (12050-2910-340-0001)

**Reactivos.**

- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) 65% (Merck Lot. K45509056415)
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) 37% (Merck Lot. 100317.2500)
- Agua bidestilada ( $\text{H}_2\text{O}$ )
- Solución de nitrato de paladio (II) ( $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ) (10  $\mu\text{g}$  /mL) (Alfa Aesar, Lot. J18X023)
- Solución estándar de plomo (Pb) (1000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) (Merck Lot. HC72674776)
- Solución estándar stock de plomo (Pb) (40  $\mu\text{g}$  Pb/L)
- Ácido clorhídrico ( $\text{HCl}$ ) (1:1)
- Ácido nítrico ( $\text{HNO}_3$ ) (1:1)

**ANEXO N°6**  
**PRE-TRATAMIENTO DE LA MUESTRA DE AGUA.**

**Digestión con Ácido Clorhídrico.**

**Agregar:**

-100 mL de muestra.

-5.0 mL de HCl [1]

Calentar a ebullición  
por 10 minutos.

Filtrar con whatman N°42,  
llevar a volumen de 100 mL  
con agua bidestilada.



**Figura N° 16** Esquema de digestión de la muestra.

**ANEXO N°7**  
**PREPARACION DE REACTIVOS.**

**Solución estándar de Plomo (Pb) (1000 µg Pb/L):**

Medir 1.0 mL de estándar de Plomo (Pb) en una pipeta volumétrica que se encuentra a 1000 ppm, incorporar a un balón volumétrico de 1000.0 mL, llevar a volumen con agua bidestilada.

**Solución estándar stock de Plomo (Pb) (40 µg Pb/L):**

Medir 4 mL de estándar de Plomo (Pb) en una pipeta volumétrica que se encuentra a 1000 ppb, incorporar a un balón volumétrico de 100.0 mL, llevar a volumen con agua bidestilada.

**Solución de Nitrato de Paladio (II) (10 µg Pd/ mL)**

Pesar 0.108 g de nitrato de paladio y disolverlo en 10.0 mL de ácido nítrico (1:1) y después llevar a 500.0 mL con agua bidestilada, Tomar 20 mL de esta solución y llevar a volumen de 200.0 mL utilizando agua bidestilada.

**Acido nítrico (1:1)**

Medir 50.0 mL de ácido nítrico concentrado en una probeta y agregar en un balón volumétrico de 100.0 mL que contenga 30.0 mL de agua bidestilada, llevar a volumen con agua bidestilada.

**Acido clorhídrico (1:1)**

Medir 100.0 mL de ácido nítrico concentrado en una probeta agregar en un balón volumétrico de 200.0 mL que contenga 70.0 mL de agua bidestilada, llevar a volumen con agua bidestilada.

**ANEXO N°8**  
**CALCULOS PARA LA PREPARACION DE LA CURVA ESTANDAR DE**  
**PLOMO.**

## PREPARACION DE SOLUCION DE PLOMO Pb 1000 ppb

A partir del estándar comercial de 1000 ppm se prepara una solución de Plomo (Pb) 1000 ppb de la siguiente manera:

1ppb= 0.001 ppm

$$1000 \text{ ppb} \frac{0.001 \text{ ppm}}{1 \text{ ppb}} = 1 \text{ ppm}$$

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$V_1 = \frac{(1 \text{ ppm})(1000 \text{ mL})}{(1000 \text{ ppm})} = 1.0 \text{ mL}$$

## PREPARACION DE SOLUCION STOCK DE Pb 40 ppb

A partir del estándar de 1000 ppb se prepara una solución stock de 40 ppb de la siguiente manera:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

$$V_1 = \frac{(40 \text{ ppb})(100 \text{ mL})}{(1000 \text{ ppb})} = 4.0 \text{ mL}$$

## PREPARACION DE ESTANDARES

A partir de la solución stock de 40 ppb se preparan los siguientes estándares:

$$C_1V_1 = C_2V_2$$

Estándar de 2 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(2 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 30 \mu\text{L}$$

Estándar de 5 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(5 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 75 \mu\text{L}$$

Estándar de 8 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(8 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 120 \mu\text{L}$$

Estándar de 9 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(9 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 135 \mu\text{L}$$

Estándar de 10 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(10 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 150 \mu\text{L}$$

Estándar de 11 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(11 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 165 \mu\text{L}$$

Estándar de 12 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(12 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 180 \mu\text{L}$$

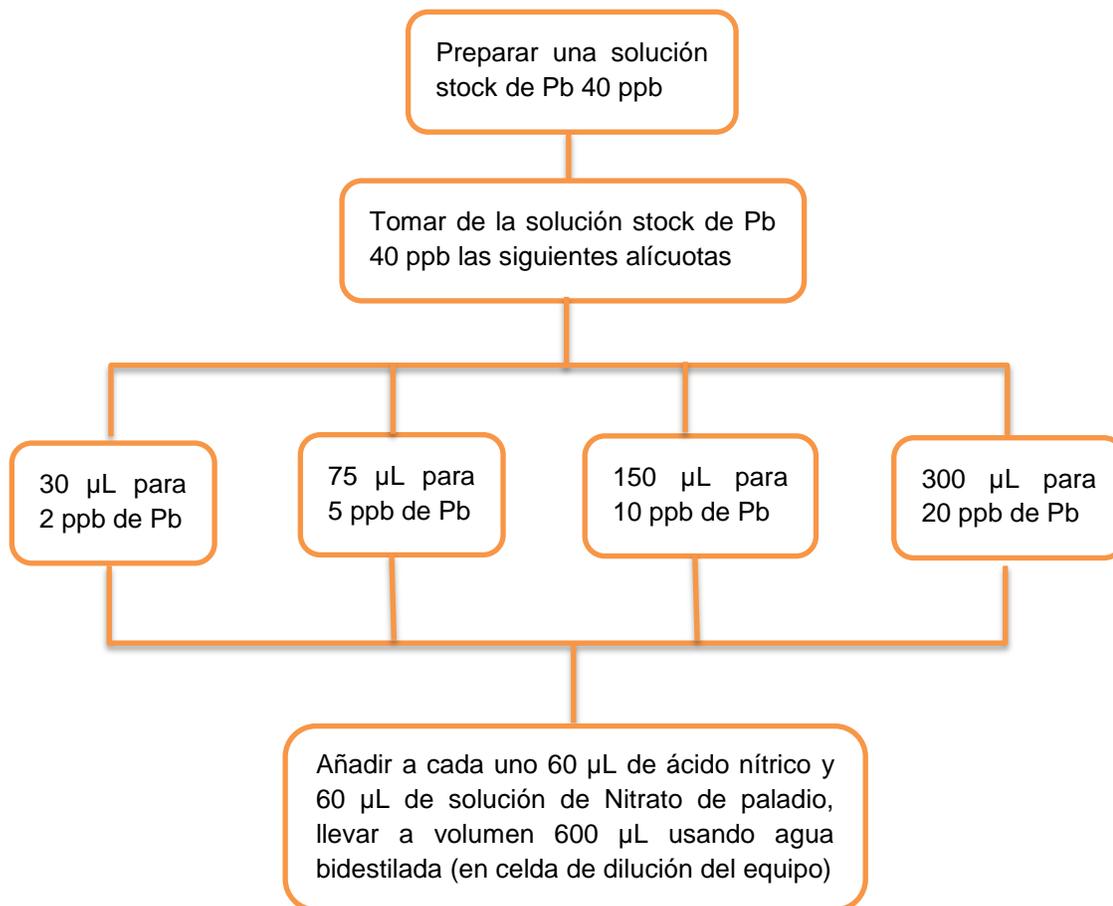
Estándar de 15 ppb de Pb:

$$V_1 = \frac{(15 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 225 \mu\text{L}$$

Estándar de 20 ppb de Pb:

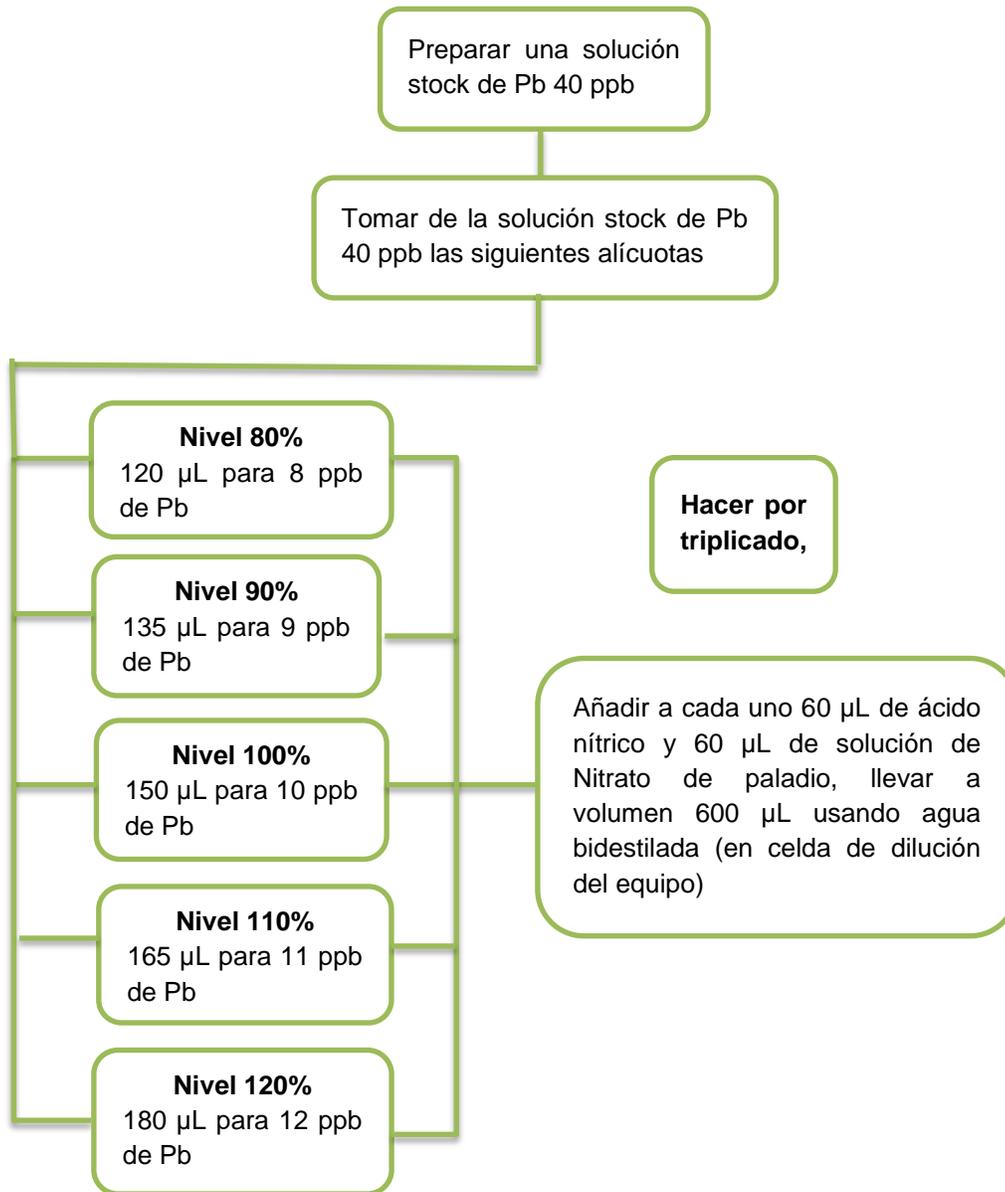
$$V_1 = \frac{(20 \text{ ppb})(600 \mu\text{L})}{(40 \text{ ppb})} = 300 \mu\text{L}$$

**ANEXO N°9**  
**PREPARACION DE LA CURVA ESTANDAR DE PLOMO**



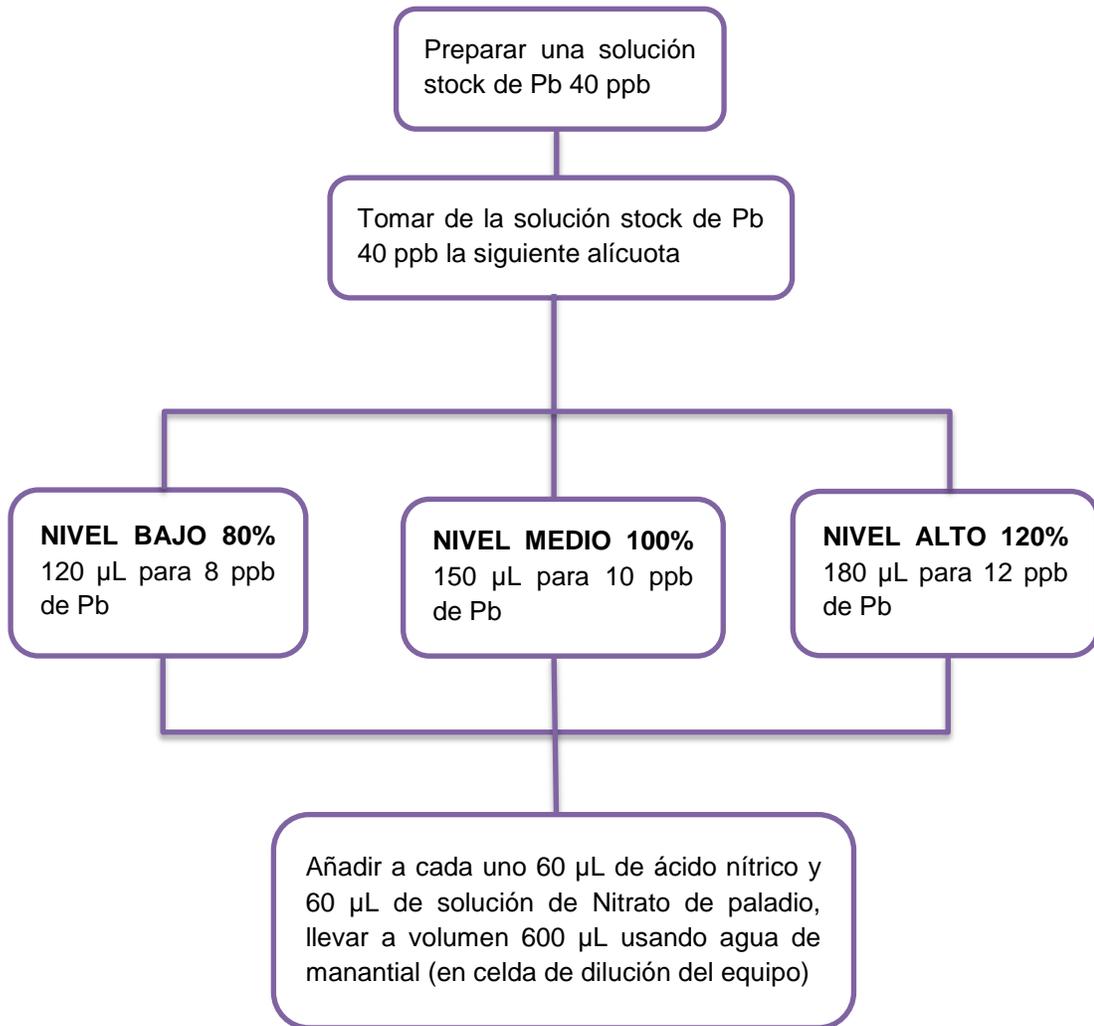
**Figura N° 17** Esquema de preparación de la curva de estándar de plomo.

**ANEXO N°10**  
**PROCEDIMIENTO DE INTERVALO DE TRABAJO**



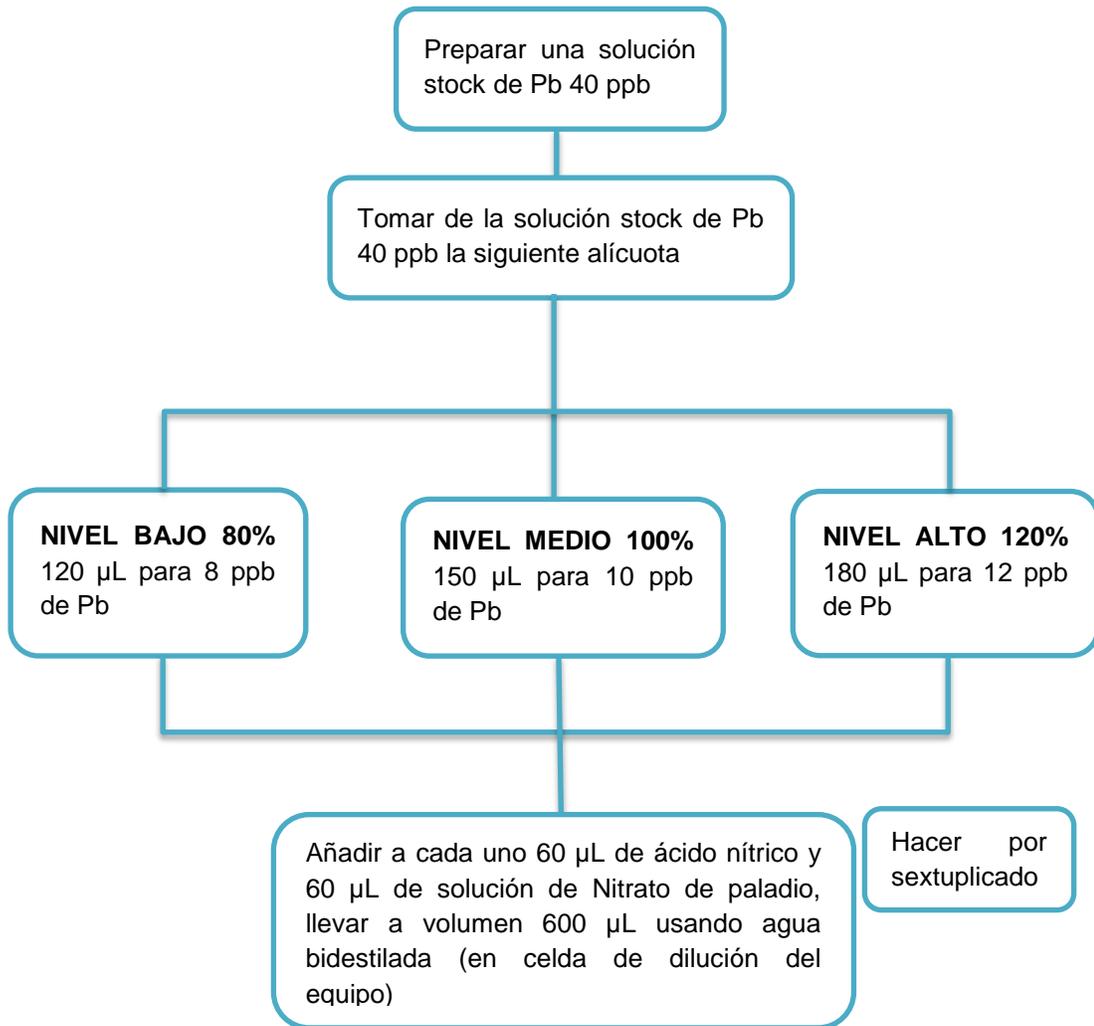
**Figura N°18** Esquema de preparación del Intervalo de Trabajo.

**ANEXO N°11  
PROCEDIMIENTO DE EXACTITUD**



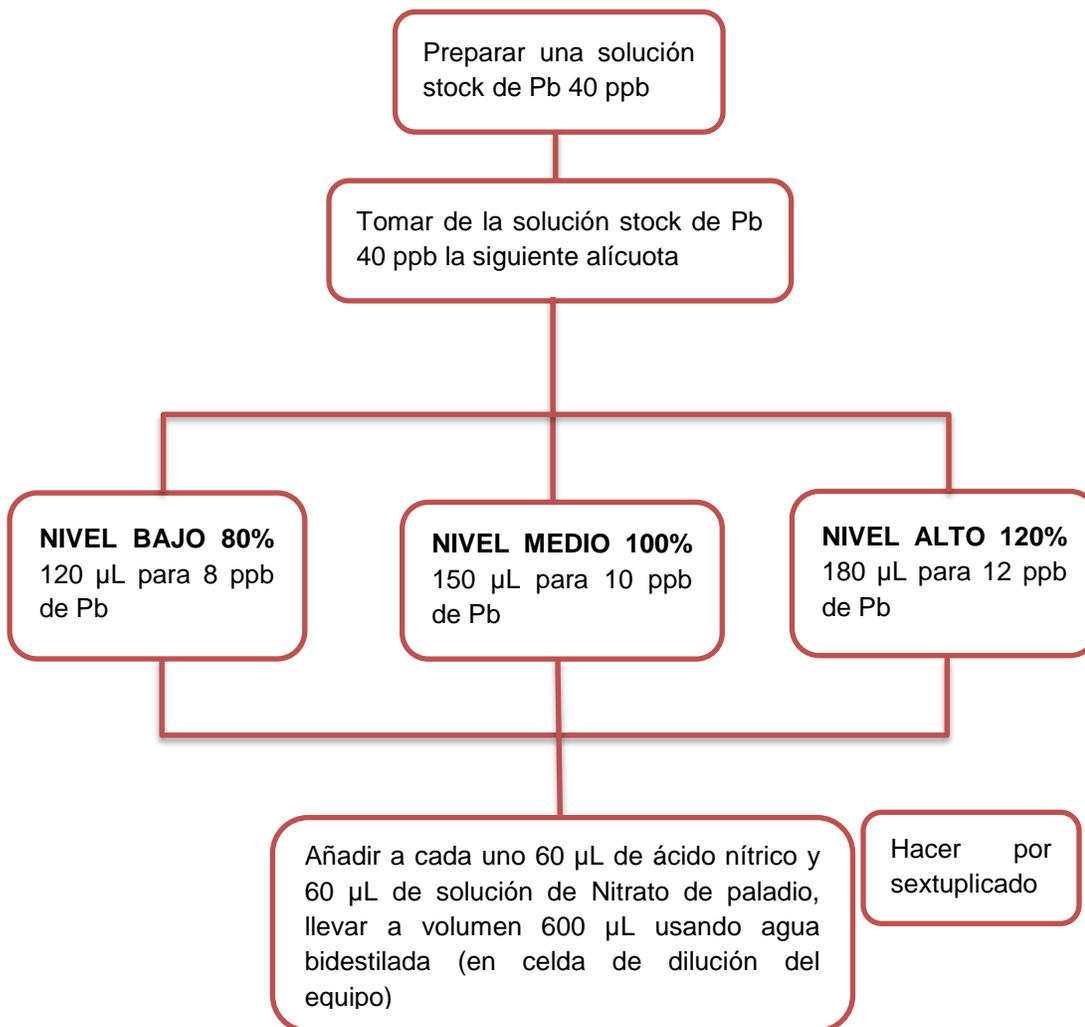
**Figura N° 19** Esquema de preparación de los estándares de exactitud.

**ANEXO N°12**  
**PROCEDIMIENTO DE REPETIBILIDAD**



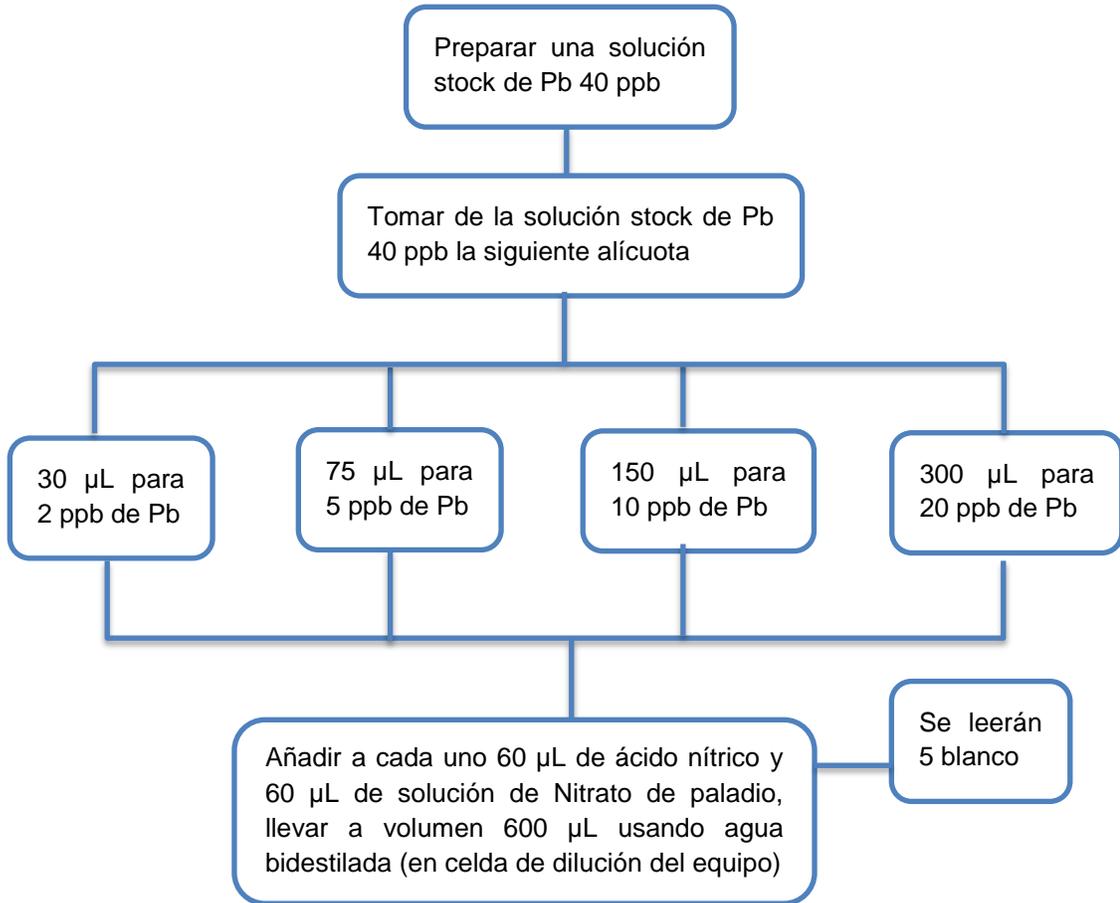
**Figura N° 20** Esquema de preparación de procedimiento de repetibilidad.

**ANEXO N° 13**  
**PROCEDIMIENTO DE PRECISION INTERMEDIA**



**Figura N° 21** Esquema de preparación de procedimiento precisión intermedia.

**ANEXO N°14**  
**PROCEDIMIENTO DE LIMITE DE CUANTIFICACION.**



**Figura N° 22** Esquema de preparación del procedimiento de límite de Cuantificación.

**ANEXO N°15**  
**FORMATO DE LA HOJA DE CALCULOS**

	<b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR</b> <b>FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS</b> <b>LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA</b>				
	<b>INTERVALO LINEAL</b>				
Nombre de la muestra: Fecha de analisis:					
Estándar	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio	
2					
5					
10					
15					
20					
Estandar	Absorbancia	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	XY
2					
5					
10					
15					
20					
Sumatoria					

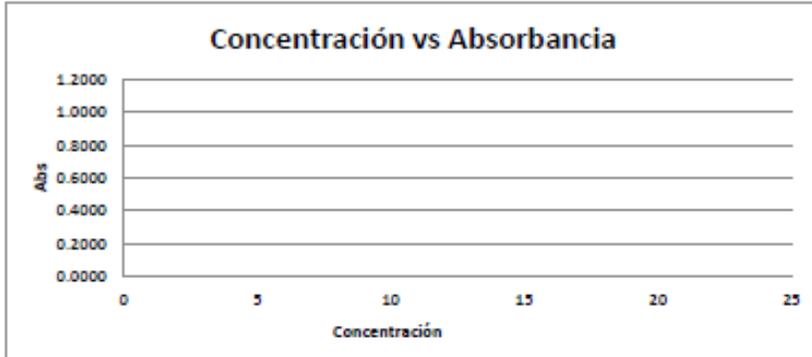
  

Datos	Resultados
r <sup>2</sup>	0
Pendiente	0
Ordenada	0
S <sub>y/x</sub>	0.00000
S <sub>b1</sub>	
IC (b <sub>1</sub> )	

Los criterios de aceptación para cumplimiento del intervalo lineal son:  
 $r^2 \geq 0.98$   
 El IC ( $\beta_1$ ) no debe incluir el cero.

**Concentración vs Absorbancia**



**Figura N° 23** Formato de la hoja de cálculo en Excel para los parámetros de desempeño para la determinación de plomo en aguas superficiales

**ANEXO N°16  
FORMATO DE INFORME FINAL**

	<p align="center"><b>UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS LABORATORIO DE QUÍMICA AGRICOLA</b></p>	
<p align="center"><b>INFORME FINAL DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA LA DETERMINACION DE PLOMO EN AGUAS SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION ATOMICA</b></p>		
<ul style="list-style-type: none"> <li>- <b>Parámetros validados y Criterios de aceptación</b></li> <li>- <b>Resultados de cada parámetro desempeño</b></li> <li>- <b>Interpretación de resultados</b></li> <li>- <b>Cuadro resumen de los resultados obtenidos en los parámetros de desempeño.</b></li> <li>- <b>Dictamen</b></li> <li>- <b>Datos crudos de cada parámetro de desempeño por el Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica</b></li> </ul>		
<p>ELABORADO POR: Eunice Beltrán</p>	<p>REVISADO POR: Lic. Emerson Martínez</p>	<p>APROBADO POR: Lic. M.Sc. Freddy Carranza</p>

**Figura N° 24** Formato del Informe final de parámetros de desempeño

**ANEXO N° 17**  
**HOJAS DE CALCULO DE EXCEL**



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA



INTERVALO LINEAL

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 7/9/2021

Estándar	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio
2	0.0252	0.0246	0.0256	0.0251
5	0.0595	0.0616	0.0609	0.0607
10	0.1165	0.1164	0.1208	0.1179
15	0.1777	0.1761	0.1729	0.1756
20	0.2304	0.2298	0.2282	0.2295

Estandar	Absorbancia	Concentración (Y)	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	XY
2	0.0251	0.0263	0.0007	4	0.0526
5	0.0607	0.0605	0.0037	25	0.3025
10	0.1179	0.1175	0.0138	100	1.1750
15	0.1756	0.1745	0.0305	225	2.6175
20	0.2295	0.2315	0.0536	400	4.6300
Sumatoria	52	0.6103	0.1023	754	8.7776

Datos	Resultados
r <sup>2</sup>	0.9998
Pendiente	0.0114
Ordenada	0.0035
S <sub>y/x</sub>	0.00575
S <sub>b1</sub>	0.00039
IC (b <sub>1</sub> )	0.0105
	0.0123

Los criterios de aceptación para cumplimiento del Intervalo lineal son:

$$r^2 \geq 0.98$$

El IC (B<sub>1</sub>) no debe incluir el cero.

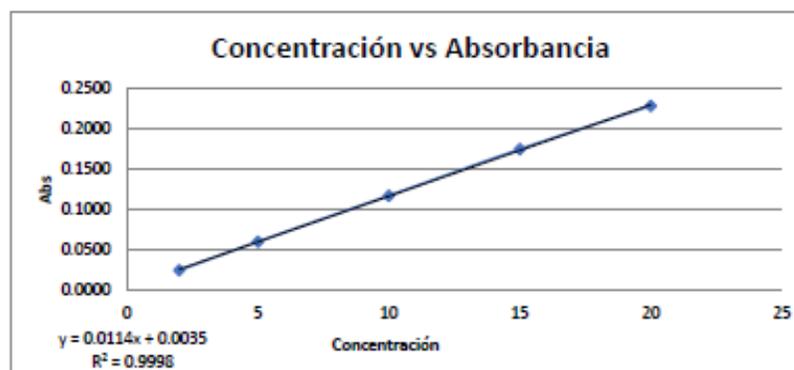


Figura N° 25 Hoja de Excel de Intervalo lineal



INTERVALO DE TRABAJO

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 8/9/2021

Estándares	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Promedio
8	0.091	0.0950	0.0950	0.0937
9	0.1078	0.1018	0.1055	0.1050
10	0.1144	0.1164	0.1175	0.1161
11	0.1303	0.1268	0.1262	0.1278
12	0.1411	0.1398	0.1375	0.1395

Estándares	Absorbancia	Y	y <sup>2</sup>	x <sup>2</sup>	xy
8	0.0937	0.0932	0.0087	64	0.7456
9	0.105	0.1046	0.0109	81	0.9414
10	0.1161	0.1160	0.0135	100	1.1600
11	0.1278	0.1274	0.0162	121	1.4014
12	0.1395	0.1388	0.0193	144	1.6656

Sumatoria	50	0.5800	0.0686	510	5.9140
-----------	----	--------	--------	-----	--------

Datos	Resultados
$r^2$	0.9999
$t_{0.975, n-2}$	2.3535
Pendiente(b1)	0.0114
Intercepto (b0)	0.002
$S_{y/x}$	0.00261
$S_{b0}$	0.00833
Intervalo de Confianza del Intercepto (IC (b0))	-0.0176
CV $y/x$	2.25

Los criterios de aceptación para cumplimiento del intervalo de trabajo son:

$$r^2 \geq 0.95$$

El IC (b0) debe incluir el cero

El CV y/x del porcentaje de recobro, no debe ser mayor del 3% por ser método espectrofotométrico.

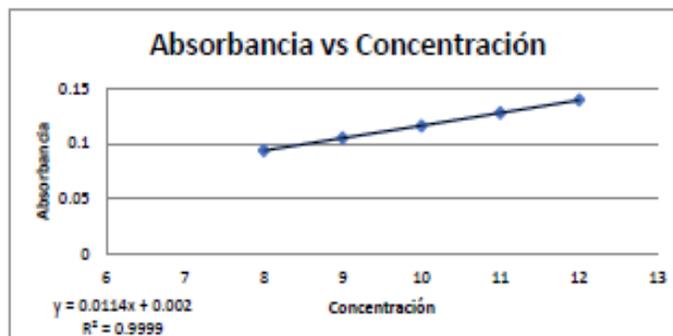


Figura N° 26 Hoja de Excel de Intervalo de Trabajo



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA



EXACTITUD

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 9/9/2021

Nivel	Repeticiones	Concentración (µg/mL)= X	Abs	Cmx = Y (µg/ml)	% Recobro (y)	Y 2
80%	1	8	0.1279	0.1259	102	10320
	2	8	0.1288	0.1259	102	10466
	3	8	0.1270	0.1259	101	10176
100%	4	10	0.1421	0.1465	97	9408
	5	10	0.1458	0.1465	100	9905
	6	10	0.1421	0.1465	97	9408
	7	10	0.1468	0.1465	100	10041
	8	10	0.1415	0.1465	97	9329
	9	10	0.1458	0.1465	100	9905
	10	12	0.1709	0.1671	102	10460
120%	11	12	0.1673	0.1671	100	10024
	12	12	0.1688	0.1671	101	10205
SUMATORIA		120		1.758	1198	119646
Promedio		10.00		0.15	99.83	9970.52

Datos	Resultados
$t_{0.975, n-1}$	2.101
Desviación estándar (S)	2.0152
Coefficiente de Variación (CV)	2.0185
Intervalo de Confianza (IC <sub>µ</sub> )	99
	101

Los criterios de aceptación para cumplimiento de la exactitud son:

CV ≤ 3 % para método espectrofotómetro.  
El IC (µ) para método espectrofotómetro es (97 -103%)

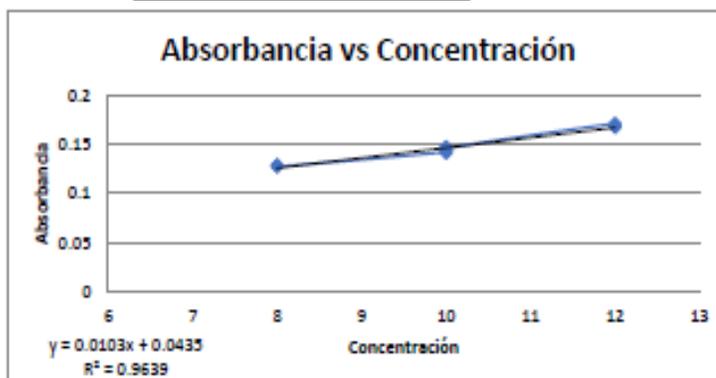


Figura N° 27 Hoja de Excel de Exactitud



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA



REPETIBILIDAD

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 14/9/2021

[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV
8	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41
10	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98
12	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06

Los criterios de aceptación para  
cumplimiento de la precisión son:

$CV \leq 3\%$  para método  
espectrofotométrico

Figura N° 28 Hoja de Excel de Repetibilidad



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA



PRECISION INTERMEDIA

Nombre de la muestra: Muestra-001  
Fecha de analisis: 15/9/2021

ANALISTA 1

[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV
8	0.087	0.0944	0.0898	0.0911	0.0918	0.0910	0.0909	0.0024	2.67
10	0.1146	0.1136	0.1122	0.1146	0.1118	0.1116	0.1131	0.0014	1.22
12	0.1358	0.1356	0.1367	0.1372	0.1347	0.1389	0.1365	0.0015	1.08

ANALISTA 2

[ST]	Abs 1	Abs 2	Abs 3	Abs 4	Abs 5	Abs 6	Promedio	S	%CV
8	0.0896	0.0918	0.0921	0.0923	0.0929	0.0902	0.0915	0.0013	1.41
10	0.1152	0.1164	0.1178	0.1177	0.1152	0.1162	0.1164	0.0011	0.98
12	0.1397	0.1400	0.1386	0.1391	0.1370	0.1364	0.1385	0.0015	1.06

	ANALISTA 1	ANALISTA 2
[ST]	Abs promedio	Abs promedio
8	0.0909	0.0915
10	0.1131	0.1164
12	0.1365	0.1385

Los criterios de aceptación para cumplimiento de la precisión son:

CV  $\leq$  3 % para método espectrofotométrico

Para la varianza ANOVA:  
Hipótesis Nula (Ho):  
M1=M2 (Las medias son iguales)

Hipótesis alterna (H1-Ho):  
Las medias son diferentes

Suma=	0.3405	0.3464
Media=	0.1135	0.1155
Suma total=	0.6869	
n=	3	3
N=	6	K= 2
SC trat=	0.0000580	
SC total=	0.002152	
Scerror=	0.002146	

Resultado: Se acepta la hipótesis nula. Existe igualdad de medios entre las Absorbancias entre el analista 1 y 2

TABLA ANOVA

Fuente de variación	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Cuadrado medio	F
Entre las muestras	0.000058017	1	5.8017E-06	0.0108
Dentro de las muestras	0.002146	4	0.0005365	
Total	0.002152	5		

(Valor crítico) F= 7.7086  
p-valor= 0.92218

F<Valor crítico F = Se Acepta la hipótesis Nula  
F>Valor crítico F = Se Rechaza la hipótesis Nula

Figura N° 29 Hoja de Excel de Precisión Intermedia



LIMITE DE CUANTIFICACION

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 16/9/2021

Estandares	Abs 1	Abs 2
2	0.0223	0.0246
5	0.0588	0.0616
10	0.118	0.1164
15	0.1751	0.1761
20	0.2272	0.2298

Es la cantidad mínima que una muestra puede ser cuantitativamente determinada

$$LC = 10 \cdot s_{b0}/m$$

Blancos	Abs	Ecuación recta		Concentración del Blanco
		Pendiente	Intercepto	
1	0.0013	0.0114	0.0015	-0.0175
2	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
3	0.0012	0.0114	0.0015	-0.0263
4	0.0004	0.0114	0.0015	-0.0965
5	0.0010	0.0114	0.0015	-0.0439
6	0.0010	0.0114	0.0031	-0.1842
7	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
8	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
9	0.0030	0.0114	0.0031	-0.0088
10	0.0020	0.0114	0.0031	-0.0965
Desviación				0.0559

LC	0.5585
----	--------

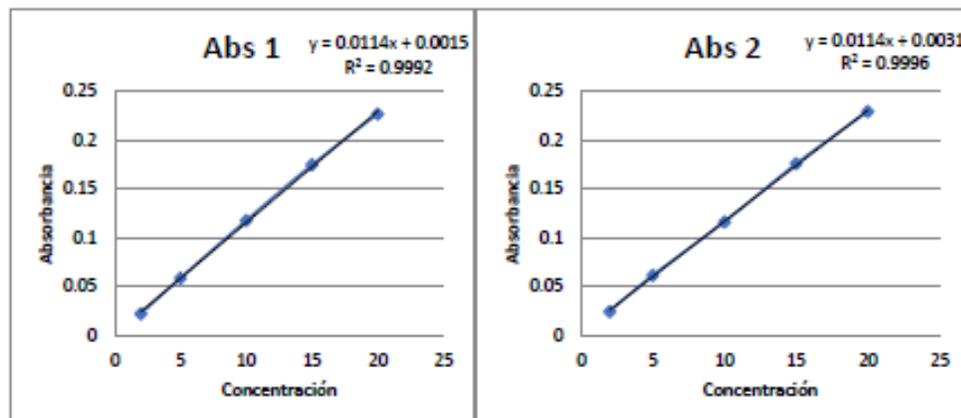


Figura N° 30 Hoja de Excel de límite de Cuantificación.



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR  
FACULTAD DE CIENCIAS AGRONOMICAS  
LABORATORIO DE QUIMICA AGRICOLA



ROBUSTEZ

Nombre de la muestra: Muestra-001

Fecha de analisis: 21/9/2021

VARIABLE	ABSORBANCIA	MEDIA ARITMETICA	l di l Pocentaje (%)
NORMAL	0.0090	0.0092	
	0.0094		
HNO3	0.0088	0.0090	-0.02%
	0.0092		
HCI DOBLE	0.0106	0.0106	0.14%
	0.0106		
SIN MODIFICADOR (Solución de Paladio)	0.0106	0.0102	0.09%
	0.0097		
DOBLE MODIFICADOR (Solución de Paladio)	0.0107	0.0117	0.25%
	0.0126		
MODIFICADOR 1/2 (Solución de Paladio)	0.0116	0.0114	0.22%
	0.0112		
Sodio 1000 ppm	0.0104	0.0114	0.22%
	0.0124		
Sodio 1500 ppm	0.0113	0.0116	0.24%
	0.0118		

Los criterios de aceptación para cumplimiento de la robustez es:

$l di l \leq 3\%$  para metodos espectrofotométrico.

Figura N° 31 Hoja de Excel para la robustez

**ANEXO N° 18**  
**ILUSTRACIONES DE DIVERSOS PROCEDIMIENTOS**



**Figura N° 32** Análisis de las muestras de agua para la determinación de Plomo.

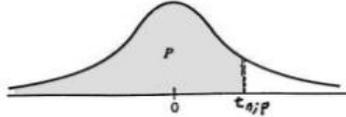


**Figura N° 33** Procedimiento de la etapa de quemado de la muestra de Plomo.

## ANEXO N°19

### Tabla N° 18 TABLA ESTADISTICA DE LA DISTRIBUCION T DE STUDENT

Distribución *t* de Student



La tabla A.4 da distintos valores de la función de distribución en relación con el número de grados de libertad; concretamente, relaciona los valores  $p$  y  $t_{n;p}$  que satisfacen

$$P(t_n \leq t_{n;p}) = p.$$

<i>n</i>	$t_{0,55}$	$t_{0,60}$	$t_{0,70}$	$t_{0,80}$	$t_{0,90}$	$t_{0,95}$	$t_{0,975}$	$t_{0,99}$	$t_{0,995}$
1	0,1584	0,3249	0,7265	1,3764	3,0777	6,3138	12,7062	31,8205	63,6567
2	0,1421	0,2887	0,6172	1,0607	1,8856	2,9200	4,3027	6,9646	9,9248
3	0,1366	0,2767	0,5844	0,9785	1,6377	2,3534	3,1824	4,5407	5,8409
4	0,1338	0,2707	0,5686	0,9410	1,5332	2,1318	2,7764	3,7469	4,6041
5	0,1322	0,2672	0,5594	0,9195	1,4759	2,0150	2,5706	3,3649	4,0321
6	0,1311	0,2648	0,5534	0,9057	1,4398	1,9432	2,4469	3,1427	3,7074
7	0,1303	0,2632	0,5491	0,8960	1,4149	1,8946	2,3646	2,9980	3,4995
8	0,1297	0,2619	0,5459	0,8889	1,3968	1,8595	2,3060	2,8965	3,3554
9	0,1293	0,2610	0,5435	0,8834	1,3830	1,8331	2,2622	2,8214	3,2498
10	0,1289	0,2602	0,5415	0,8791	1,3722	1,8125	2,2281	2,7638	3,1693
11	0,1286	0,2596	0,5399	0,8755	1,3634	1,7959	2,2010	2,7181	3,1058
12	0,1283	0,2590	0,5386	0,8726	1,3562	1,7823	2,1788	2,6810	3,0545
13	0,1281	0,2586	0,5375	0,8702	1,3502	1,7709	2,1604	2,6503	3,0123
14	0,1280	0,2582	0,5366	0,8681	1,3450	1,7613	2,1448	2,6245	2,9768
15	0,1278	0,2579	0,5357	0,8662	1,3406	1,7531	2,1314	2,6025	2,9467
16	0,1277	0,2576	0,5350	0,8647	1,3368	1,7459	2,1199	2,5835	2,9208
17	0,1276	0,2573	0,5344	0,8633	1,3334	1,7396	2,1098	2,5669	2,8982
18	0,1274	0,2571	0,5338	0,8620	1,3304	1,7341	2,1009	2,5524	2,8784
19	0,1274	0,2569	0,5333	0,8610	1,3277	1,7291	2,0930	2,5395	2,8609
20	0,1273	0,2567	0,5329	0,8600	1,3253	1,7247	2,0860	2,5280	2,8453
21	0,1272	0,2566	0,5325	0,8591	1,3232	1,7207	2,0796	2,5176	2,8314
22	0,1271	0,2564	0,5321	0,8583	1,3212	1,7171	2,0739	2,5083	2,8188
23	0,1271	0,2563	0,5317	0,8575	1,3195	1,7139	2,0687	2,4999	2,8073
24	0,1270	0,2562	0,5314	0,8569	1,3178	1,7109	2,0639	2,4922	2,7969
25	0,1269	0,2561	0,5312	0,8562	1,3163	1,7081	2,0595	2,4851	2,7874
26	0,1269	0,2560	0,5309	0,8557	1,3150	1,7056	2,0555	2,4786	2,7787
27	0,1268	0,2559	0,5306	0,8551	1,3137	1,7033	2,0518	2,4727	2,7707
28	0,1268	0,2558	0,5304	0,8546	1,3125	1,7011	2,0484	2,4671	2,7633
29	0,1268	0,2557	0,5302	0,8542	1,3114	1,6991	2,0452	2,4620	2,7564
30	0,1267	0,2556	0,5300	0,8538	1,3104	1,6973	2,0423	2,4573	2,7500
40	0,1265	0,2550	0,5286	0,8507	1,3031	1,6839	2,0211	2,4233	2,7045
50	0,1263	0,2547	0,5278	0,8489	1,2987	1,6759	2,0086	2,4033	2,6778
60	0,1262	0,2545	0,5272	0,8477	1,2958	1,6706	2,0003	2,3901	2,6603
80	0,1261	0,2542	0,5265	0,8461	1,2922	1,6641	1,9901	2,3739	2,6387
100	0,1260	0,2540	0,5261	0,8452	1,2901	1,6602	1,9840	2,3642	2,6259
120	0,1259	0,2539	0,5258	0,8446	1,2886	1,6577	1,9799	2,3578	2,6174
$\infty$	0,126	0,253	0,524	0,842	1,282	1,645	1,960	2,327	2,576

Tabla A.4: Tabla de la distribución *t* de Student.

# ANEXO N°20

## GUIA DE VALIDACION DE METODOS ANALITICOS FISICOQUIMICO

### ORGANISMO SALVADOREÑA DE ACREDITACION

SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD  
G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FISICOQUÍMICOS  
VERSIÓN 2 APROBADO 2017/05/23



#### 1. Introducción.

La validación ha sido objeto de atención por ser requerida en Normas sobre Sistemas de Gestión de la Calidad, sobre software y particularmente en la Norma ISO/IEC 17025:2005 sobre requisitos generales para laboratorios de calibración y ensayo.

La aplicabilidad del requisito sobre validación de métodos, particularmente en la Norma ISO/IEC 17025:2005, ha sido frecuentemente materia de controversia dado que cabe la interpretación de que cuando se menciona o se describe un método en una Norma, entonces denominado método normalizado, no es ya necesaria la validación del mismo.

El propósito de este trabajo es discutir el concepto de validación, los elementos que lo constituyen y los procesos para llevarla a cabo, con el objetivo de reducir las controversias respecto a este tema. Para que un resultado analítico concuerde con el propósito requerido, debe ser lo suficientemente confiable para que cualquier decisión basada en éste pueda tomarse con confianza. Así, el desempeño del método debe validarse y debe estimarse la incertidumbre del resultado a un nivel de confianza dado. La incertidumbre deberá ser evaluada y establecida de una forma que sea ampliamente reconocida, consistente de forma interna y fácil de interpretar. La mayor parte de la información requerida para evaluar la incertidumbre se puede obtener durante la validación del método.

La validación es el proceso establecido para la obtención de pruebas documentadas y demostrativas de que un método de análisis es lo suficiente fiable y reproducible para producir el resultado previsto dentro de intervalos o parámetros definidos y para el propósito requerido.

El siguiente documento ha sido elaborado con el apoyo del Comité Técnico de Validación quienes aportaron sus conocimientos en el tema con la finalidad de homologar y facilitar a los usuarios del servicio de acreditación las herramientas necesarias para dicho proceso.

#### 2. Objetivos

Establecer una guía mínima en la que se incluyen los requisitos, pero no limitados a lo que se indica en ella, para las actividades de validación de métodos de ensayo no normalizados, desarrollados o diseñados por el laboratorio, métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados y para las verificaciones necesarias para confirmar que el laboratorio puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos. Sistematizar los procedimientos para la realización de la validación de los métodos de ensayo. Evitar las discrepancias respecto a cuándo validar y la extensión de la validación según sea el caso.

#### 3. Alcance

Esta guía la deben aplicar los laboratorios de ensayo acreditados por el OSA y los que soliciten la acreditación ante dicho organismo, los evaluadores y expertos técnicos que actúan en los procesos de acreditación, y a todos los métodos de ensayo establecidos dentro del alcance de acreditación.

**ANEXO N°21**  
**REGLAMENTO TECNICO SALVADOREÑO EN AGUA DE CONSUMO**  
**HUMANO DE CALIDAD E INOCUIDAD**

**REGLAMENTO TÉCNICO SALVADOREÑO** **RTS**  
**13.02.01:14**

Diario Oficial No. 60, Tomo No. 419, de fecha 4 de abril de 2018

15	Arsénico	0,01
16	Bario	0,7
17	Boro	2,4
18	Cadmio	0,003

Fuente: *Guías para la calidad del agua potable*, 4.ª edición, OMS, 2011.

**Tabla 2. Límites máximos permisibles de parámetros físico-químicos para agua de consumo humano (continuación)**

Nº	Parámetros	Límite Máximo Permissible (mg/L)
19	Cobre	2,0
20	Cromo	0,05
21	Hierro****	0,3
22	Manganeso****	0,1
23	Mercurio	0,006
24	Níquel	0,07
25	Plomo	0,01
26	Selenio	0,04
27	Zinc	4,0
<b>Plaguicidas</b>		
<b>Organoclorados</b>		
28	Aldrin/Dialdrin*****	0,00003
29	DDT / DDD / DDE*****	0,001
30	Endosulfan I / Endosulfan II / Endosulfan Sulfato	0,02
31	Heptaclor*****	0,0004
32	Hexaclorobenceno*****	0,001
33	Lindano <sup>7,6</sup>	0,002
<b>Carbamatos</b>		
34	Aldicarb	0,01
35	Aldicarb sulfoxido	0,01
36	Aldicarb sulfona	0,01
37	Carbofuran	0,007
38	Carbaril	0,09
39	Metiocarb <sup>7,7</sup>	0,005
40	Naftol <sup>7,7</sup>	0,03
41	Oxamil	0,2
42	Metomil <sup>7,7</sup>	0,08
43	Propoxur <sup>7,7</sup>	0,028
44	Hidroxicarbofuran	0,005
45	Paracuat <sup>7,6</sup>	0,01
46	Dicuat	0,02

**ANEXO Nº22**  
**METODOLOGIA PARA EL ANALISIS DE PLOMO EN AGUAS**  
**SUPERFICIALES POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCION**  
**ATOMICA.**

### ✚ Parámetros de repetición en equipo

	Número de repeticiones	Máximo de repeticiones	%RSD
Blanco	2	3	5
Estándar	2	3	5
Muestra	2	3	5

### ✚ Parámetros de sprayado en equipo

	tiempo
Tiempo de pre sprayado	5 seg
Tiempo de integración	5 seg

### ✚ Determinación de minerales por AA-Horno (Pb, Cd, Ni, Cr, Mn)

#### Procedimiento

#### Preparación de soluciones Estándar

- ✚ A partir de una solución madre de 1000 ppm preparar una solución stock, necesaria para preparar la curva de calibración (ver siguiente cuadro), llevar a volumen utilizando agua bidestilada.

#### Muestra

- ✚ Hacer las diluciones necesarias para que la lectura este dentro de la curva de calibración. La muestra tratada puede ser utilizada directamente en caso de que la concentración del mineral en la muestra sea pequeña.
- ✚ Colocar la muestra en equipo de Absorción Atómica y leer.

 **Parámetros para lectura de minerales en AA-Horno**  
**(Pb, Cd, Ni, Cr, Mn)**

Mineral	R1	R2 (Stock)	R3	R4	Curva de calibración (ppb)	Longitud de onda (nm)	Corriente de Lámpara (mA)
Pb	Agua	Std 40 ppb	Nitrato de Paladio	HNO <sub>3</sub> (1+1)	(2.0 – 5.0 – 10.0 – 20.0)	283.3	8
Cd	Agua	Std 5 ppb	Nitrato de Paladio	HNO <sub>3</sub> (1+1)	(0.2 – 0.5 – 1.0 – 2.0)	228.3	30
Ni	Agua	Std 40 ppb	-	-	(2.0 – 5.0 – 10.0 – 20.0)	232.0	12
Cr	Agua	Std 40 ppb	NH <sub>4</sub> Cl al 5%	-	(1.0 – 3.0 – 5.0 – 10.0)	357.9	15
Mn	Agua	Std 40 ppb	NH <sub>4</sub> Cl al 5%	-	(2.0 – 5.0 – 7.0 – 10.0)	279.5	10

**Referencias:**

- City water testing method 1993 edition by Japan Waterworks Association.
- Japanese Industrial Standard JIS K-102-1993
- R. D. Ediger, At. Absorpt. Newsl., 14, 127-130 (1975), "AA Analysis with the Graphite Furnace Using Matrix Modification"
- R.B Cruz and J.C. Van Loon, Anal. Chim Acta, 72, 231-243 (1974), "A. Critical study of Graphiten Furnance Non-Flaml AAS to The Determination of Trace Base Metal in Complex Heavy mAtrix Sample Solutions"
- W.J Price, Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption, HEYDEN
- F.J.M. Maesen, J. Balke and R. Masee, Spectrochim

**ANEXO N°23**  
**CERTIFICADOS DE REACTIVOS**



# Specification

1.00317.2500 Hydrochloric acid fuming 37% for analysis EMSURE® ACS,ISO,  
Reag. Ph Eur

	Specification	
Assay (alkalimetric)	37.0 - 38.0	%
Identity	passes test	
Color	≤ 10	Hazen
Appearance	passes test	
Appearance of solution	passes test	
Bromide (Br)	≤ 50	ppm
Free chlorine (Cl)	≤ 0.4	ppm
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	≤ 0.5	ppm
Sulfate (SO <sub>4</sub> )	≤ 1.0	ppm
Sulfite (SO <sub>3</sub> )	≤ 0.5	ppm
Heavy metals (as Pb)	≤ 1	ppm
Ag (Silver)	≤ 0.020	ppm
Al (Aluminium)	≤ 0.050	ppm
As (Arsenic)	≤ 0.010	ppm
Au (Gold)	≤ 0.050	ppm
B (Boron)	≤ 0.100	ppm
Ba (Barium)	≤ 0.010	ppm
Be (Beryllium)	≤ 0.010	ppm
Bi (Bismuth)	≤ 0.050	ppm
Ca (Calcium)	≤ 0.300	ppm
Cd (Cadmium)	≤ 0.010	ppm
Co (Cobalt)	≤ 0.010	ppm
Cr (Chromium)	≤ 0.010	ppm
Cu (Copper)	≤ 0.010	ppm
Fe (Iron)	≤ 0.100	ppm
Ga (Gallium)	≤ 0.050	ppm
Ge (Germanium)	≤ 0.020	ppm
Hg (Mercury)	≤ 0.010	ppm
K (Potassium)	≤ 0.100	ppm
Li (Lithium)	≤ 0.010	ppm
Mg (Magnesium)	≤ 0.050	ppm
Mn (Manganese)	≤ 0.010	ppm
Mo (Molybdenum)	≤ 0.010	ppm
NH <sub>4</sub> (Ammonium)	≤ 1	ppm
Na (Sodium)	≤ 0.300	ppm
Ni (Nickel)	≤ 0.020	ppm
Pb (Lead)	≤ 0.010	ppm
Pt (Platinum)	≤ 0.100	ppm
Sn (Tin)	≤ 0.200	ppm
Sr (Strontium)	≤ 0.010	ppm
Ti (Titanium)	≤ 0.020	ppm

# Specification

---

1.00317.2500 Hydrochloric acid fuming 37% for analysis EMSURE® ACS,ISO,  
Reag. Ph Eur

---

Tl (Thallium)	≤ 0.020	ppm
V (Vanadium)	≤ 0.010	ppm
Zn (Zinc)	≤ 0.100	ppm
Zr (Zirconium)	≤ 0.020	ppm
Extractable organic substances	≤ 5	ppm
Residue on ignition (as SO <sub>4</sub> )	≤ 3	ppm
Non volatile matter	≤ 10	ppm
Expiry date : see product label		

Dr. Reiner Vogt  
Responsible laboratory manager quality control

---

This document has been produced electronically and is valid without a signature.



## Specification – Certified Reference Material

### Element Standard Solution 1000 mg/L


**Accreditation:**


Merck KGaA, Darmstadt, Germany is accredited by the German accreditation authority as registered reference material producer (D-RM-15185-01-00) in accordance with **ISO Guide 34**.



Merck KGaA, Darmstadt, Germany is accredited by the German accreditation authority as registered Calibration Laboratory (D-K-15185-01-00) according to **DIN EN ISO/IEC 17025**.

**Description of CRM:**

Element Standard 1000 mg/L

**Expiry date:**

3 years

**Storage:**

+15°C to +25°C tightly closed in the original container

**Specification:**

990 – 1010 mg/L

Article	Analyte	Description of CRM	Associated uncertainty**, $U = k \cdot u$ ( $k=2$ ) as mass fraction
119770	Al	Aluminium standard solution	± 5 mg/kg
170204	Sb	Antimony standard solution	± 5 mg/kg
119773	As	Arsenic standard solution	± 5 mg/kg
119774	Ba	Barium standard solution	± 6 mg/kg
170207	Be	Beryllium standard solution	± 6 mg/kg
119804	Bi	Bismuth standard solution	± 5 mg/kg
119500	B	Boron standard solution	± 5 mg/kg
119777	Cd	Cadmium standard solution	± 5 mg/kg
119778	Ca	Calcium standard solution	± 5 mg/kg
170212	Cs	Cesium standard solution	± 5 mg/kg
119779	Cr	Chromium standard solution	± 5 mg/kg
119785	Co	Cobalt standard solution	± 5 mg/kg
119786	Cu	Copper standard solution	± 5 mg/kg
170216	Au	Gold standard solution	± 5 mg/kg
119504	In	Indium standard solution	± 5 mg/kg
119781	Fe	Iron standard solution	± 5 mg/kg
119776	Pb	Lead standard solution	± 5 mg/kg
170223	Li	Lithium standard solution	± 5 mg/kg
119788	Mg	Magnesium standard solution	± 5 mg/kg
119789	Mn	Manganese standard solution	± 5 mg/kg
170226	Hg	Mercury standard solution	± 8 mg/kg
170227	Mo	Molybdenum standard solution	± 5 mg/kg
119792	Ni	Nickel standard solution	± 5 mg/kg



## Specification

1.00441.1000 Nitric acid 65% Suprapur®

	Specification	
Assay (acidimetric)	≥ 65.0	%
Chloride (Cl)	≤ 50	ppb
Phosphate (PO <sub>4</sub> )	≤ 10	ppb
Sulfate (SO <sub>4</sub> )	≤ 200	ppb
Ag (Silver)	≤ 0.5	ppb
Al (Aluminium)	≤ 5.0	ppb
As (Arsenic)	≤ 0.5	ppb
Au (Gold)	≤ 0.1	ppb
Ba (Barium)	≤ 0.5	ppb
Be (Beryllium)	≤ 0.5	ppb
Bi (Bismuth)	≤ 0.5	ppb
Ca (Calcium)	≤ 2.0	ppb
Cd (Cadmium)	≤ 0.5	ppb
Co (Cobalt)	≤ 0.5	ppb
Cr (Chromium)	≤ 1.0	ppb
Cu (Copper)	≤ 0.5	ppb
Fe (Iron)	≤ 2.0	ppb
Ga (Gallium)	≤ 0.1	ppb
Ge (Germanium)	≤ 0.1	ppb
Hg (Mercury)	≤ 1.0	ppb
In (Indium)	≤ 0.5	ppb
K (Potassium)	≤ 2.0	ppb
Li (Lithium)	≤ 0.5	ppb
Mg (Magnesium)	≤ 1.0	ppb
Mn (Manganese)	≤ 0.5	ppb
Mo (Molybdenum)	≤ 0.5	ppb
Na (Sodium)	≤ 10.0	ppb
Ni (Nickel)	≤ 5.0	ppb
Pb (Lead)	≤ 2	ppb
Pt (Platinum)	≤ 0.5	ppb
Sb (Antimony)	≤ 0.5	ppb
Sn (Tin)	≤ 0.5	ppb
Sr (Strontium)	≤ 0.5	ppb
Ti (Titanium)	≤ 1.0	ppb
Tl (Thallium)	≤ 0.5	ppb
V (Vanadium)	≤ 0.5	ppb
Zn (Zinc)	≤ 2.0	ppb
Zr (Zirconium)	≤ 1.0	ppb
Residue on ignition (as sulfate)	≤ 2	ppm

Actual analysis values are subject to unavoidable systematic variations in this concentration range