

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



**VERIFICACIÓN DE PARÁMETROS DE DESEMPEÑO ANALÍTICO EN DOS
EQUIPOS DE CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA DEL LABORATORIO DE
ANÁLISIS FÍSICOQUÍMICO DE AGUAS DE LA FACULTAD DE QUÍMICA Y
FARMACIA DE LA UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.**

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR:

MAURICIO ALFREDO GONZÁLEZ MEJÍA

IRMA JENNY MERINO MURCIA

**PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA**

FEBRERO DE 2008

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Rector

MSc. Rufino Antonio Quezada Sánchez

Secretario general

Lic. Douglas Vladimir Alfaro Chávez

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

Decano

Lic. Salvador Castillo Arévalo

Secretaria

Licda. Morena Lizeth Martínez de Díaz

COMITÉ DE TRABAJO DE GRADUACIÓN

Coordinadora General

Licda. Maria Concepción Odette Rauda Acevedo

**Asesora de área de Control de Calidad de Productos Farmacéuticos y
Veterinarios:**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

Licda. Zenia Ivonne Arévalo de Márquez

Docentes directores

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

Lic. Eliseo Ernesto Ayala Mejía

AGRADECIMIENTOS

Nuestros mas sinceros agradecimientos a nuestros docentes directores Licda. Odette Rauda y Lic. Eliseo Ayala, por guiarnos para la realización de este trabajo de graduación.

A Msc. Rocío de Sandoval y Licda. Ivonne de Márquez, asesoras de área de control de calidad de productos farmacéuticos y veterinarios, por sus recomendaciones y observaciones en este trabajo.

A Lic. Henry Hernández, Any Herrera y Jorge Carranza, por todo su apoyo y amabilidad en la realización de la parte experimental.

A Lic. Jorge Merino por su colaboración en la elaboración de las presentaciones visuales para las exposiciones.

A nuestros amigos y familiares por todo el apoyo brindado de una u otra forma, para la culminación de este trabajo de graduación.

DEDICATORIA

Dedicamos este trabajo de graduación a Dios todopoderoso, la Virgen María, por darnos la iluminación para poder culminar este proyecto.

A nuestros padres por todo su apoyo incondicional, por darnos los ánimos, los consejos y los medios para lograr finalizar nuestra carrera universitaria.

A nuestra querida y recordada Amparito Mejía de González, quien desde el cielo ha iluminado cada uno de nuestros pasos, y nos ha dado ánimos para concluir este proyecto.

A nuestros hermanos por acompañarnos y darnos ayuda en todo momento, por habernos enseñado que más que hermanos somos un equipo.

Irma Jenny Merino

Mauricio Alfredo González

INDICE

| | Pág. |
|---|------|
| Resumen | |
| Capítulo | |
| I. Introducción | x |
| II. Objetivos | |
| 2.1 Objetivo General | |
| 2.2 Objetivos Específicos | |
| III. Marco Teórico | 14 |
| 3.1 Generalidades sobre conductividad eléctrica | 14 |
| 3.2 Equipos | 15 |
| 3.3 Principios | 16 |
| 3.4 Campo de Aplicación | 19 |
| 3.5 Interferencias | 21 |
| 3.6 Garantía de la Calidad | 22 |
| 3.7 Calidad de datos | 24 |
| 3.7.1 Indicadores de Calidad | 24 |
| 3.8 Validación | 25 |
| 3.8.1 Características de desempeño analítico | 25 |
| 3.8.1.1 Exactitud | 25 |
| 3.8.1.2 Precisión | 26 |
| 3.8.1.3 Especificidad | 28 |
| 3.8.1.4 Límite de Detección | 28 |
| 3.8.1.5 Límite de Cuantificación | 29 |
| 3.8.1.6 Linealidad e Intervalo | 30 |
| 3.8.1.7 Reproducibilidad | 31 |
| 3.9 Fórmulas Estadísticas utilizadas en la determinación de características de desempeño analítico. | 32 |

| | Pág. |
|---|------|
| 3.9.1 Reproducibilidad | 32 |
| 3.9.2 Precisión | 33 |
| 3.9.3 Límite de detección | 33 |
| 3.9.4 Límite de cuantificación | 34 |
| 3.9.5 Linealidad del sistema | 35 |
| IV. Diseño Metodológico | 38 |
| 4.1 Tipo de Estudio | 38 |
| 4.2 Investigación Bibliográfica | 38 |
| 4.3 Investigación de campo | 39 |
| 4.4 Parte Experimental | 39 |
| V. Resultados y Discusión de resultados | 49 |
| VI. Conclusiones | 63 |
| VII. Recomendaciones | 66 |
| Bibliografía | |
| Anexos | |

INDICE DE ANEXOS

ANEXO No.

- 1 Valores de Conductividad de algunas muestras típicas
- 2 Puente de Wheastone para medir la conductividad
- 3 Equivalencia entre unidades de conductividad y formas más frecuentes de expresarla.
- 4 Marcha analítica a seguir en la parte experimental.
- 5 Fotografía del Conductímetro de Campo, Modelo Myron.
Fotografía del Conductímetro de Mesa, Modelo Corning.

:

INDICE DE CUADROS

| Cuadro No. | Página |
|--|---------------|
| 1. Lecturas Obtenidas del Conductímetro de mesa, Corning para la Precisión. | 45 |
| 2. Lecturas obtenidas del Conductímetro de campo, Myron, para la precisión. | 46 |
| 3. Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa Corning, para la Repetibilidad. | 47 |
| 4. Lecturas obtenidas del Conductímetro de campo, Myron, para la Repetibilidad. | 48 |
| 5. Lecturas obtenidas del Conductímetro de mesa, Corning, para la Reproducibilidad. | 49 |
| 6. Lecturas obtenidas del Conductímetro de campo, Myron, para la Reproducibilidad. | 50 |
| 7. Lecturas obtenidas del Conductímetro de mesa, Corning, para el Límite de Cuantificación. | 51 |
| 8. Lecturas obtenidas del Conductímetro de campo, Myron, para el Límite de Cuantificación. | 51 |
| 9. Resultados del Límite de Cuantificación. | 52 |
| 10. Lecturas obtenidas del Conductímetro de mesa, Corning, para el Límite de Detección. | 55 |
| 11. Lecturas obtenidas del Conductímetro de campo, Myron, para el Límite de Detección. | 55 |
| 12. Valores obtenidos de Límites de Detección, para cada equipo de Conductividad; utilizando los estándares de referencia de 9.7, 100 y 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$. | 57 |

RESUMEN

Actualmente los laboratorios que están en proceso de acreditación de acuerdo a la Normativa ISO/IEC 17025:05, tienen que asegurar sus resultados; por lo que es necesario realizar parámetros de desempeño en los diferentes equipos. Por lo que esta investigación permitió verificar algunos parámetros de desempeño analítico en dos equipos de conductividad eléctrica uno de campo y otro de mesa del Laboratorio de Análisis Fisicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

Los parámetros realizados por dos analistas responsables de llevar a cabo las lecturas en ambos equipos fueron: Precisión, repetibilidad, reproducibilidad, límite de detección y límite de cuantificación. Las lecturas se realizaron con estándares de cloruro de potasio (KCl) de 9.7, 100 y 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y la duración de esta parte experimental fue de cuatro meses.

Por los resultados obtenidos en la parte experimental se concluyó que los datos no son estadísticamente representativos, por lo que ambos equipos no cumplen con las especificaciones de los parámetros a los cuales fueron sometidos.

En base a lo anterior, se recomienda dar un seguimiento a este trabajo con estándares de conductividad certificados de proveedores calificados y con más parámetros de desempeño analítico. Asimismo adecuar las instalaciones del laboratorio, para un rendimiento óptimo de los equipos.

INTRODUCCION

En la actualidad, el ser humano manifiesta una búsqueda constante de la calidad en casi todos los aspectos de la vida. Hoy en día, de acuerdo a las normativas vigentes para laboratorios de análisis; se han elaborado sistemas y procedimientos que buscan una sola meta: la Calidad en los productos y servicios.

En el caso de laboratorios de calibración o de ensayos, ofrecer Calidad en los resultados se vuelve un requisito; ya que así se genera confianza en los clientes y se garantiza una amplia competitividad. La Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, cuenta con un Laboratorio que se especializa en Análisis Físicoquímico de Aguas (Potables, envasadas, etc.). Uno de los análisis empleados en el Laboratorio, es la determinación de conductividad eléctrica.

Para realizar ésta determinación, se emplearon dos equipos: El Conductímetro de Campo, modelo Myron L y el Conductímetro de mesa, modelo Corning; a los cuales no se les había verificado la variación que presentan en los resultados, siendo esto una herramienta fundamental para la validación del método analítico; el cual es un requisito de acreditación para laboratorios de ensayos del CONACYT (ISO/IEC 17025/2005) que es

exigida a aquellos que deseen implementar un sistema de calidad; para ello se realizó una verificación de parámetros de desempeño analítico en dos conductímetros del Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia, y así cumplir con el aseguramiento de la calidad en los resultados.

Actualmente, el Laboratorio se encuentra en proceso de acreditación, este proceso es muy exhaustivo, y exige validar métodos de análisis, calibrar y verificar equipos, y sobre todo la documentación de las actividades que se realicen y los resultados obtenidos.

Para la realización de esta investigación, fue necesario emplear sustancias de referencia estandarizadas de diferentes conductividades, para la verificación de los parámetros de desempeño analítico. Las conductividades de los estándares de cloruro de potasio (KCl), utilizadas fueron: 9.7, 100 y 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Esta investigación contribuirá al proceso de acreditación, que es prioridad en los laboratorios de ensayos, para brindar una garantía de la calidad en los resultados que se presenten a los clientes.

2.0 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Verificar los parámetros de desempeño analítico en dos equipos de conductividad eléctrica del Laboratorio de Análisis Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 2.2.1** Realizar lecturas en los equipos de conductividad de campo y de mesa con los estándares seleccionados.
- 2.2.2** Obtener datos a partir de los estándares de referencia de conductividad (9,7, 100 y 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$) empleados en cada equipo.
- 2.2.3** Comparar parámetros de desempeño analítico: precisión, reproducibilidad, repetibilidad, límite de detección y límite de cuantificación de un equipo con respecto al otro, mediante un análisis estadístico.
- 2.2.4** Demostrar por medio de los resultados obtenidos, si existe o no diferencia entre los dos equipos de conductividad, con respecto a los coeficientes de variación (CV).
- 2.2.5** Dar a conocer los resultados obtenidos en la investigación.

III. MARCO TEORICO

3.0 MARCO TEORICO

3.1 GENERALIDADES SOBRE CONDUCTIVIDAD ELÉCTRICA. ⁽⁹⁾

La conductividad eléctrica, se define como la capacidad que tienen las sales inorgánicas en solución (electrolitos) para conducir la corriente eléctrica.

El agua pura, prácticamente no conduce la corriente eléctrica, sin embargo el agua con sales disueltas, sí la conduce ya que los iones cargados positiva y negativamente son los responsables de conducir la corriente, y la cantidad conducida dependerá del número de iones presentes y de su movilidad.

En la mayoría de las soluciones acuosas, entre mayor sea la cantidad de sales disueltas, mayor será la conductividad, este efecto continúa hasta que la solución está tan llena de iones que se restringe la libertad de movimiento y la conductividad puede disminuir en lugar de aumentar.

Algunas sustancias se ionizan en forma más completa que otras y por lo mismo conducen mejor la corriente. Cada ácido, base o sal tienen su curva característica de concentración contra conductividad. Algunos ejemplos de buenos y malos conductores de la corriente eléctrica son:

Buenos conductores: los ácidos, bases y sales inorgánicas: HCl, NaOH, NaCl, Na₂CO₃....etc.

Malos conductores: Las moléculas de sustancias orgánicas que por la

naturaleza de sus enlaces son no iónicas: como la sacarosa, el benceno, los hidrocarburos, los carbohidratos, etc.; estas sustancias, no se ionizan en el agua y por lo tanto no conducen la corriente eléctrica.

La temperatura es un factor que influye en la conductividad, así tenemos que un aumento en la temperatura, disminuye la viscosidad del agua y permite que los iones se muevan más rápidamente, conduciendo más electricidad. Este efecto de la temperatura es diferente para cada ión, pero típicamente para soluciones acuosas diluidas, la conductividad varía de 1 a 4 % por cada grado centígrado. Conociendo estos factores, la medición de la conductividad nos permite tener una idea muy aproximada de la cantidad de sales disueltas.

Todos los valores de conductividad están referidos a una temperatura de referencia de 25°C. (Ver Anexo1)

3.2 EQUIPOS. ⁽¹⁰⁾

Los conductímetros son los aparatos utilizados para medir la conductividad eléctrica. Básicamente los conductímetros son instrumentos compuestos por dos placas de un material especial (platino, titanio, níquel recubierto con oro, grafito, etc.), una fuente alimentadora y un sector o escala de medición.

Cuando es aplicada una diferencia de potencial entre las placas del conductímetro, este mide la cantidad de corriente que como consecuencia pasa por ellas.

Con los valores del voltaje aplicado y con la intensidad eléctrica de la corriente que pasa por las placas, los conductímetros determinan, de acuerdo a su previa calibración, la conductividad de la muestra ensayada.

Hay muchos tipos de conductímetros y los valores de la conductividad son dependientes de la geometría de la celda de cada aparato. Es por ello que cada uno mide una conductividad específica la cual es el producto de la conductividad realmente medida multiplicada por la constante de la celda del mismo. Esta constante es la relación que hay entre la distancia a la cual se encuentran sus placas y la superficie de las mismas. (Ver Anexo 2)

3.3 PRINCIPIOS. ⁽⁹⁾

La conductividad eléctrica es el recíproco de la resistencia a-c en ohms, medida entre las caras opuestas de un cubo de 1.0 cm de una solución acuosa a una temperatura especificada. Esta solución se comporta como un conductor eléctrico donde se pueden aplicar las leyes físicas de la resistencia eléctrica.

Las unidades de la conductividad eléctrica son el Siemens/cm (las unidades antiguas, eran los ohms/cm que son numéricamente equivalentes al S/cm). En la práctica no se mide la conductividad entre electrodos de 1 cm³, sino con electrodos de diferente tamaño, rectangulares o cilíndricos, por lo que al hacer

la medición, en lugar de la conductividad, se mide la conductancia, la cual al ser multiplicada por una constante (k) de cada celda en particular, se transforma en la conductividad en S/cm.

Conductividad = conductancia de la muestra * k

$$k = d/A$$

Donde:

k: Constante de la celda

d: distancia de la separación de los electrodos.

A: área de los electrodos.

Así, un electrodo de 1cm de separación y con área de 1cm, tendrá una constante de celda (k) equivalente a uno. (k = 1)

La medición eléctrica se efectúa mediante un puente de Wheastone para medir resistencias.

Las resistencias R_1 y R_2 son fijas y su valor va de acuerdo al intervalo de conductividad que se pretende medir.

La resistencia R_x es la que proporciona la solución a la cual se le va a medir la conductividad. La resistencia R_3 se varía en forma continua hasta poner en equilibrio el puente, de tal forma que no pase corriente hacia el medidor. (Ver anexo 3)

DIFERENTES FORMAS DE EXPRESAR LA CONDUCTIVIDAD. (10)

La conocida Ley de Ohm expresa que cuando se mantiene una diferencia de potencial entre dos puntos de un conductor se produce por él una circulación de corriente eléctrica que es directamente proporcional al voltaje aplicado e inversamente proporcional a la resistencia de tal conductor. Por tanto:

$$I = E/R \quad ; \text{ Donde:}$$

I: es la intensidad de la corriente medida en Amperes

E: es la diferencia de potencial en Voltios

R: es la resistencia en Ohms.

El agua purísima no conduce la corriente eléctrica. No obstante, cuando el agua contiene un electrolito disuelto en ella se convierte en un conductor donde la resistencia es proporcional a la distancia entre electrodos e inversamente proporcional al área de estos. Así:

$$R = r.L/A$$

Donde:

r: es la resistividad específica medida en Ohms/cm

L: es la distancia entre electrodos en cm

A: es el área de éstos en cm^2

La inversa de la resistividad específica es la conductividad específica (k) Esto es: $k = 1/r$, y por lo tanto, la unidad de medición de k, queda definida como:

$\text{Ohm}^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$.

En principio históricamente el Ohm^{-1} por ser la inversa de la unidad de resistencia se lo denominó mho, la palabra original escrita al revés. Con ello la conductividad específica quedó unida a su unidad $\text{mho} \cdot \text{cm}^{-1}$, o sea mho/cm .

Para simplificar, en las últimas décadas del siglo XX se propuso denominar al mho como Siemens asignándole como símbolo la letra S mayúscula. (Ver en anexo 4 las equivalencias entre las unidades)

3.4 CAMPO DE APLICACIÓN. (1)

Este método de prueba es aplicable a la detección de impurezas y en algunos casos a la medición cuantitativa de los constituyentes iónicos disueltos presentes en el agua. Las mediciones de conductividad en laboratorios se utilizan para:

- Establecer el grado de mineralización para determinar el efecto de la concentración total de iones sobre equilibrios químicos, efectos fisiológicos en plantas y animales, tasas de corrosión, etcétera.
- Determinar el grado de mineralización del agua destilada y desionizada.

- Verificar en forma rápida la variación del contenido de sales disueltas en aguas superficiales, de uso doméstico e industrial.
- Evaluar las variaciones de la concentración de minerales disueltos en aguas naturales y residuales. La variación estacional mínima que se encuentra en las aguas embalsadas contrasta notablemente con las fluctuaciones diarias de algunas aguas de ríos contaminadas. Las aguas residuales que contienen cantidades significativas de desechos industriales muestran también una variación diaria considerable.
- Determinar la cantidad de reactivo iónico necesario en algunas reacciones de precipitación y neutralización, señalándose el punto final por un cambio en la inclinación de la curva como consecuencia del punto de la conductividad sobre las lecturas de la bureta.
- Calcular los sólidos totales disueltos en una muestra, multiplicando la conductividad (microohms por centímetro) por un factor empírico; éste puede variar de 0.55 a 0.9 dependiendo de los componentes solubles del agua y la temperatura de medición.

3.5 INTERFERENCIAS. ⁽⁹⁾

La medición de la conductividad en laboratorio es relativamente exacta, pero la mayoría de los problemas que plantea la obtención de registros adecuados con equipos de monitoreo radica en la suciedad del electrodo y en la circulación insuficiente de la muestra.

-La exposición de la muestra al aire atmosférico, puede causar cambios en la conductividad, debido a pérdida o ganancia de gases disueltos, en especial el CO₂. Esto es especialmente importante para aguas de alta pureza, con concentraciones bajas de gases y sustancias ionizables. Para evitar esto se debe tener una atmósfera inerte de nitrógeno o helio sobre la muestra.

-Sustancias no disueltas o materiales que precipiten lentamente en la muestra, pueden causar acumulación de suciedad en la superficie de los electrodos y causar lecturas erróneas.

-La obstrucción por sustancias orgánicas, y corrosión de los electrodos, causan lecturas inestables o erróneas.

-El pH puede alterar el factor de correlación para obtener los valores cuantitativos de los sólidos totales disueltos, el cual solo es válido cuando la muestra tiene un pH entre 5 y 8, a valores mayores o menores de pH, los

resultados no serán confiables. Se tendrá que ajustar el valor del pH cerca de 7.0 utilizando un ácido o una base débil según sea necesario.

3.6 GARANTÍA DE LA CALIDAD. (1)

La garantía de la calidad es un conjunto de principios de funcionamiento que, si se cumplen estrictamente a lo largo de la toma y el análisis de muestras, generarán datos de calidad reconocida. En consecuencia, podrá declararse con un alto grado de confianza la exactitud del resultado analítico. En la garantía de la calidad se incluyen el control de calidad y la evaluación de la calidad.

Para la planificación de la garantía de la calidad se establece un conjunto de principios que constituyen un programa de Garantía de la Calidad que debe incluir los siguientes puntos: pliegos de cobertura con firmas de aprobación del plan, organización funcional y responsabilidades, control de muestras y procedimientos de documentación, procedimiento estándar de funcionamiento para cada método analítico, requisitos de formación de analistas, procedimientos de mantenimiento preventivo del equipo, procedimientos de calibrado, acciones correctivas, actividades de control interno de calidad, procedimientos de evaluación de datos para sesgo y precisión, reducción de datos, validación y conjunto de informes.

Los pliegos de cobertura con las firmas de aprobación indican que el plan ha sido revisado y juzgado como adecuado, y que la organización y la división de responsabilidades esbozan la cadena jerárquica y asignan funciones específicas a cada una de las personas involucradas.

El control de muestras y los procedimientos de documentación permiten seguir la pista de una muestra y de sus derivados a través de todas las etapas, desde la toma de muestras al análisis y la visualización de resultados, es decir su trazabilidad. Es importante, la documentación, especialmente en los casos en que se impone la necesidad de hacer un seguimiento.

Un procedimiento estándar de funcionamiento es el que describe el método con tal grado de detalle que un analista experto e incluso uno no familiarizado con el método, puede obtener resultados aceptables. Los requisitos de formación de analistas deben especificarse, según lo establecido en los protocolos. El número de análisis necesarios y la incertidumbre de los resultados variarán en función del tipo de análisis, de las características de la muestra y de la experiencia del analista.

Es necesario aplicar procedimientos de mantenimiento preventivo del equipo. Un programa estricto de mantenimiento preventivo reducirá los fallos de funcionamiento de los instrumentos, mantendrá el nivel del calibrado y reducirá los períodos de paralización.

La validación y el conjunto de informes constituyen los rasgos finales de un programa de garantía de calidad. La lectura obtenida a partir de un instrumento analítico debe ajustarse a factores tales como la eficacia del instrumento, la eficacia de extracción, el tamaño de la muestra y el valor del fondo antes de llegar a ser un resultado de utilidad.

El plan de Garantía de Calidad especifica los factores de corrección que han de aplicarse al tiempo que las etapas se deben de seguir en la validación de resultados. Se debe acompañar cada resultado o conjunto de resultados de la declaración del factor de incertidumbre.

3.7 CALIDAD DE DATOS. ⁽¹⁾

3.7.1 Indicadores de Calidad.

Los principales indicadores de la calidad de los datos son su sesgo y su precisión, que combinados expresan su exactitud. El sesgo es una medida del error sistemático. Contiene dos componentes: uno se deriva del método, y el otro, del uso del método en el Laboratorio. El sesgo de Laboratorio es la diferencia existente entre media de resultados del Laboratorio y los valores verdaderos, siendo, por consiguiente, una combinación de dos sesgos.

3.8 VALIDACIÓN. ⁽¹⁾

La validación de un método analítico es el proceso que establece, mediante estudios en laboratorio, que las características de desempeño del método cumplen los requisitos para las aplicaciones analíticas previstas. Las características de desempeño analítico habituales que deben tomarse en cuenta en la validación son las siguientes:

| | |
|---------------|--------------------------|
| Exactitud | Límite de detección |
| Precisión | Límite de cuantificación |
| Especificidad | Linealidad |
| Intervalo | |

3.8.1 CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO ANALÍTICO

3.8.1.1 Exactitud ⁽³⁾

Definición: La exactitud de un método analítico es la proximidad entre los resultados de la prueba obtenidos mediante ese método, y el valor verdadero. La exactitud de un método analítico debe establecerse en todo su intervalo.

Determinación: En la valoración de una sustancia, la exactitud puede determinarse mediante la aplicación del método analítico con respecto a un analito de pureza conocida ej. estándar de referencia; o comparando los

resultados del método con los de un segundo método bien caracterizado, cuya exactitud se haya comprobado o definido.

La exactitud se calcula como el porcentaje de recuperación de la cantidad valorada con respecto a la cantidad conocida de analito añadida a la muestra, o como la diferencia entre la media de la valoración y el valor verdadero aceptado, considerando los intervalos de confianza.

Los documentos de la Conferencia Internacional de Armonización (ICH) recomiendan que se evalúe la exactitud utilizando un mínimo de nueve determinaciones sobre un mínimo de tres niveles de concentración, cubriendo el intervalo especificado (es decir tres concentraciones y tres determinaciones repetidas de cada concentración)

3.8.1.2 Precisión ⁽³⁾

Definición: La precisión de un método analítico es el grado de concordancia entre los resultados de las pruebas individuales cuando se aplica el método repetidamente a múltiples muestreos de una muestra homogénea. La precisión de un método analítico habitualmente se expresa como la desviación estándar o la desviación estándar relativa (Coeficiente de variación) de una serie de mediciones. La precisión puede ser una medida del grado de reproducibilidad o de repetibilidad del método analítico en condiciones normales de operación. En este contexto, la reproducibilidad se refiere al uso del procedimiento analítico en

diferentes laboratorios, como por ejemplo en pruebas interlaboratorio. Una precisión intermedia expresa la variación dentro de un laboratorio, por ejemplo en diferentes días, con diferentes analistas o con equipo diferente dentro del mismo laboratorio. La repetibilidad se refiere a la utilización del procedimiento analítico en un laboratorio durante un período de tiempo corto realizado por el mismo analista con el mismo equipo.

Determinación: La precisión de un método analítico se determina mediante el análisis de un número suficiente de muestras homogéneas que permita calcular estadísticamente estimaciones válidas de la desviación estándar o de la desviación estándar relativa (coeficiente de variación). Los análisis en este contexto son análisis independientes de muestras que se han llevado a cabo mediante el procedimiento analítico completo, desde la preparación de las muestras hasta el resultado final de las pruebas.

Los documentos de la ICH recomiendan que se evalúe la repetibilidad utilizando un mínimo de nueve determinaciones que cubran el intervalo especificado para el procedimiento (es decir, tres concentraciones y tres determinaciones repetidas de cada concentración, o un mínimo de seis determinaciones al 100% de la concentración de prueba).

3.8.1.3 Especificidad ⁽³⁾

Definición: Es la capacidad de evaluar de manera inequívoca el analito en presencia de aquellos componentes cuya presencia resulta previsible.

Determinación: En análisis cualitativos (pruebas de identificación), debe demostrarse la capacidad de distinguir compuestos de estructura estrechamente relacionada cuya presencia resulta probable. Esta capacidad debería confirmarse mediante la obtención de resultados positivos a partir de muestras que contengan el analito, junto con resultados negativos de muestras que no contengan dicho analito, y mediante la confirmación de que no se obtiene una respuesta positiva de materiales con estructura similar o estrechamente relacionada a la del analito.

3.8.1.4 Límite de detección. ⁽³⁾

Definición: El límite de detección es una característica de las pruebas límite. Es la cantidad mínima de analito en una muestra que puede detectarse, aunque no necesariamente cuantificarse en las condiciones experimentales indicadas. Las pruebas de límite simplemente comprueban que la cantidad de analito se encuentra por encima o por debajo de un nivel determinado.

Determinación: Para métodos no instrumentales al igual que para instrumentales, el límite de detección se determina generalmente mediante el

análisis de muestras con concentraciones conocidas de analito, estableciendo el nivel mínimo del analito que puede detectarse confiablemente.

En el caso de procedimientos analíticos instrumentales que presenten ruido de fondo, los documentos de ICH describen un enfoque usual, que consiste en comparar las señales a partir de muestras con bajas concentraciones de analito con las de muestras blanco. Se establece la concentración mínima a la que puede detectarse confiablemente un analito. Las relaciones señal-ruido habitualmente aceptables son de 2:1 ó 3:1. Otros enfoques dependen de la determinación de la pendiente de la curva de calibración y la desviación estándar de las respuestas. Independientemente del método utilizado el límite de detección debería validarse posteriormente mediante el análisis de un número adecuado de muestras preparadas al límite de detección o que se sabe que están cerca de dicho límite.

3.8.1.5 Límite de cuantificación. ⁽³⁾

Definición: Es una característica de las valoraciones cuantitativas de compuestos que se encuentran en baja concentración en la matriz de una muestra, o es la mínima cantidad de analito en una muestra que se puede determinar con precisión y exactitud aceptables en las condiciones experimentales indicadas.

Determinación: Para métodos instrumentales y no instrumentales, el límite cuantitativo se determina habitualmente mediante el análisis de muestras con concentraciones conocidas de analito, estableciendo el nivel mínimo del analito que se puede determinar con exactitud y precisión aceptables. Otros enfoques dependen de la determinación de la pendiente de la curva de calibración y la desviación estándar de las respuestas. Independientemente del método utilizado, el límite de cuantificación debería validarse posteriormente mediante el análisis de un número adecuado de muestras que se sepa que están cerca del límite de cuantificación o fueron preparadas a este límite.

3.8.1.6 Linealidad e intervalo. ⁽³⁾

Definición de linealidad: La linealidad de un método analítico 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.

Definición de intervalo: Es la amplitud entre las concentraciones inferior y superior del analito (incluyendo esos niveles) en la cual se puede determinar al analito con un nivel adecuado de precisión, exactitud y linealidad.

Determinación de linealidad e intervalo: La linealidad debe establecerse en el intervalo completo del procedimiento analítico. Debería establecerse inicialmente mediante examen visual de un gráfico de señales como función de

concentración de analito del contenido. Si parece existir una relación lineal, los resultados de la prueba deberían establecerse mediante métodos estadísticos adecuados (ejemplo: Mediante el cálculo de una línea de regresión por el método de mínimos cuadrados). En algunos casos, para obtener la linealidad entre la respuesta de un analito y su concentración pueda que haya que someter los datos de la prueba a una transformación matemática. Los datos obtenidos a partir de la línea de regresión pueden ser útiles para proporcionar estimaciones matemáticas del grado de linealidad. Se deberían presentar el coeficiente de correlación, la intersección con el eje de ordenadas, la pendiente de la línea de regresión y la suma de los cuadrados residuales.

La ICH recomienda que, para establecer la linealidad, se utilicen normalmente un mínimo de cinco concentraciones.

3.8.1.7 Reproducibilidad. (5)

Definición: Precisión bajo condiciones de reproducibilidad; es decir, condiciones en las cuales los resultados de un ensayo se obtienen aplicando el mismo método a elementos de ensayos idénticos, en diferentes laboratorios, con distintos operadores y usando equipos también diferentes.

Determinación: La reproducibilidad puede expresarse cuantitativamente en función de la dispersión de los resultados.

3.9 FÓRMULAS ESTADÍSTICAS UTILIZADAS EN LA DETERMINACIÓN DE CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO ANALÍTICO.

3.9.1 Reproducibilidad. (2)

Deberá efectuarse por dos analistas, aplicando el mismo método, utilizando las sustancias de referencia estándar. Calcular el promedio aritmético (\bar{X}), la desviación estándar (S), y el coeficiente de variación (CV).

-Cálculo del promedio aritmético:

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{n}$$

DONDE:

\bar{X} = Promedio Aritmético

$\sum X$ = Sumatoria de los valores de las lecturas efectuadas

n = número de lecturas efectuadas

-Cálculo de la desviación estándar:

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

DONDE:

S = Desviación Estándar

n = Número de lecturas efectuadas

$\sum X$ = sumatoria de los valores de las lecturas efectuadas

-Cálculo del coeficiente de variación

$$CV = \frac{S(100)}{\bar{X}}$$

DONDE:

- \bar{X} = Promedio Aritmético
 CV = Coeficiente de variación
 S = desviación estándar

3.9.2 Precisión. (5)

El grado de precisión generalmente se expresa en términos de imprecisión y se calcula como la desviación estándar de los resultados del ensayo. Para lo cual se utiliza la fórmula del cálculo de la Desviación Estándar descrita anteriormente (numeral 6.9.1)

3.9.3 Límite de detección. (5)

El Límite de detección expresado como la concentración C_L o la cantidad q_L se obtiene de la más pequeña medida X_L que se puede detectar con certeza razonable en un procedimiento analítico específico.

El valor de X_L , se obtiene mediante la siguiente ecuación:

$$X_L = X_{bL} + K S_{bL}, \text{ donde,}$$

X_{bL} : media de las medidas de blancos

S_{bL} : desviación estándar de las medidas de blancos.

K: es un factor numérico escogido de acuerdo con el nivel de confianza deseado.

3.9.4 Límite de cuantificación. (5)

La capacidad para cuantificar generalmente se expresa en función del valor (verdadero) del analito o la señal que producirá estimados con la desviación estándar relativa, generalmente 10%.

Así, $L_Q = K_Q \sigma_Q$, Donde,

L_Q : es el Límite de cuantificación

σ_Q : desviación estándar en ese punto.

K_Q : multiplicador cuyo recíproco es igual a la desviación estándar relativa seleccionada para la cuantificación. Para IUPAC el valor por omisión de éste es 10.

3.9.5 Linealidad del Sistema. (2)

Un analista debe preparar por lo menos por triplicado cinco niveles de concentración (intervalo) de la sustancia de referencia. El intervalo debe incluir la especificación para el caso de aquellos métodos utilizados para contenido, potencia o valoración. Se debe medir la respuesta analítica bajo las mismas condiciones de medición, reportar la relación concentración (x) versus respuesta analítica (y). Calcular el valor de la pendiente (b_1), la ordenada al origen (b_0), el coeficiente de determinación (r^2) y el intervalo de confianza de la pendiente ($IC(\beta_1)$)

-Cálculo del valor de la pendiente (b_1)

$$b_1 = \frac{n \sum xy - \sum x \sum y}{n \sum x^2 - (\sum x)^2}$$

DONDE:

n= número de mediciones (concentración-respuesta analítica)

- **Cálculo del valor del intercepto u ordenada al origen (b_0)**

$$b_0 = \frac{\sum y - b_1 \sum x}{n}$$

- **Cálculo del coeficiente de determinación (r^2)**

$$r^2 = \frac{(n(\sum xy) - (\sum x)(\sum y))^2}{(n(\sum x^2) - (\sum x)^2)(n(\sum y^2) - (\sum y)^2)}$$

IV. METODOLOGIA

4.0 METODOLOGÍA

4.1 TIPO DE ESTUDIO.

La presente investigación es experimental; ya que se realizó una parte práctica con diferentes estándares en los dos equipos de conductividad y Prospectivo porque los resultados obtenidos servirán para que en el Laboratorio de Análisis Fisicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, pueda seleccionarse el equipo o las condiciones ideales de trabajo para los análisis y así proceder con la Validación del Método.

4.2 INVESTIGACIÓN BIBLIOGRÁFICA.

Se visitaron diferentes bibliotecas:

- Central de la Universidad de El Salvador.
- Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Universidad Centroamericana José Simeón Cañas.
- Facultad de Ingeniería de la Universidad de El Salvador.
- Particulares
- Internet

4.3 INVESTIGACIÓN DE CAMPO.

UNIVERSO: Todos los estándares de referencia de conductividad eléctrica que existen en el comercio.

MUESTRA: Se emplearon diferentes soluciones estándares de referencia de cloruro de potasio con las siguientes conductividades: 9.7, 100 y 1415 microsiemens/cm ($\mu\text{S}/\text{cm}$) en dos equipos de conductividad (campo y mesa).

4.4 PARTE EXPERIMENTAL.

La aplicabilidad de los parámetros de desempeño analítico es muy amplia. Sin embargo, con los dos equipos de conductividad (de campo y de mesa) del Laboratorio de Análisis Fisicoquímico de Aguas, de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador; se verificaron solamente los siguientes parámetros: Reproducibilidad, Precisión, Repetibilidad, Límite de Cuantificación y Límite de detección. El método que se utilizó para determinar la conductividad de los equipos, es el de APHA, el cual es un método Oficial.

Reactivos utilizados:

- Solución de KCl 0.01M.
- Soluciones estándares de referencia de KCl, de conductividades: 9.7, 100 y 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$.
- Agua Destilada.

Equipo:

- Conductímetro de Campo. Modelo Myron L Company, utiliza 2 baterías de 9 voltios.
- Conductímetro de Mesa. Modelo Corning Pinnacle, utiliza corriente eléctrica de 110 V. Para su calibración se requiere un estándar de conductividad marca Corning de 1413 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

Procedimiento para la determinación de la constante de celda en el Conductímetro de campo y de mesa. (4)

1. Preparar 100 mL de una solución de KCl 0.01M, pesando 0.074g de $\text{KCl}_{(\text{Sólido})}$, disolver con agua destilada y transferir a un balón volumétrico de 100 mL, aforar.
2. Con la solución de KCl 0.01M, preparada anteriormente, ambientar la celda de conductividad del Conductímetro de Campo (Myron L Company), descartar la solución.
3. Repetir el paso anterior dos veces más.
4. Colocar en la celda del Conductímetro de campo, una porción de solución de KCl 0.01M; verificar que la temperatura de la solución se encuentre a $25.0 \pm 0.1^\circ\text{C}$ (caso contrario, llevar la solución a ese rango de temperatura).
5. Medir la conductividad de la solución y anotar el valor de temperatura.

6. Para la determinación de la constante de celda, utilizar la siguiente fórmula:

$$C = (0,001\ 413) (R_{KCl}) [1 + 0,0191 (t - 25)], \text{ Donde:}$$

C= Constante de celda

R_{KCl} = resistencia medida, ohmios, y

t = temperatura observada en ° C.

Para la determinación de la constante de celda del Conductímetro de mesa y de campo, se obtuvieron los siguientes resultados:

Conductímetro Corning:

$$C = (0,001413) (1375) [1+0,0191(25.2 - 25)] = 1.950297$$

Conductímetro Myron:

$$C = (0,001413) (1300) [1+0,0191(24.9 - 25)] = 1.833392$$

Procedimiento para realizar lecturas con soluciones de conductividad, en el conductímetro de campo, modelo Myron L Company ⁽¹⁾

1. Calibrar el equipo con una solución de Cloruro de Potasio 0.01M, ambientando la celda de conductividad, y luego efectuar la lectura de la solución a $25.0 \pm 0.1^{\circ}\text{C}$.
2. Realizar un lavado de la celda con agua destilada.
3. Ambientar la celda del conductímetro, con la solución de conductividad que se desea determinar, descartar la porción de solución.
4. Repetir el paso anterior, una vez más.
5. Ajustar la temperatura de una última porción de la solución a ser determinada a $25.0 \pm 0.1^{\circ}\text{C}$.
6. Medir la resistencia o Conductividad de la solución y anotar su valor, así como la temperatura en que se efectúa la medición.
7. Una vez efectuada la lectura, descartar la solución.
8. Realizar un lavado de la celda de conductividad, con agua destilada.

Procedimiento para realizar lecturas con soluciones de conductividad, en el conductímetro de mesa, modelo Corning ⁽⁴⁾

1. Conectar el equipo a una fuente de corriente de 110 V.
2. Encender el Conductímetro presionando el botón ON/OFF.

3. Seleccionar el rango de lectura, de acuerdo a las conductividades que serán leídas por el equipo, presionando el botón MODE.
4. Presionar el botón de calibración automática del equipo, CAL.
5. Calibrar el equipo con solución estándar de referencia de KCl, marca Corning, de $1413 \mu\text{S}/\text{cm}$, sumergiendo el electrodo del conductímetro en la solución, teniendo el cuidado de que la celda esté completamente cubierta por la solución y que el electrodo no esté en contacto con las paredes del recipiente que la contiene.
6. Para efectuar la lectura de calibración, presionar el botón CAL, y anotar la lectura y su respectiva temperatura. (ambos datos aparecen en la pantalla del equipo).
7. Lavar cuidadosamente el electrodo del conductímetro con agua destilada y secarlo con un pañuelo desechable.
8. Sumergir el electrodo en la solución de conductividad a determinar, teniendo el cuidado de que la celda esté completamente cubierta por la solución. Presionar el Botón READ.
9. Anotar el valor de conductividad y temperatura, que aparecen en la pantalla del equipo.
10. Lavar el electrodo con agua destilada y eliminar con un paño suave las gotas restantes de agua en la punta del electrodo.
11. Al finalizar las lecturas, presionar el Botón ON/OFF y desconectar la fuente eléctrica.

Evaluación de Parámetros de Desempeño. (1)

Para evaluar los siguientes parámetros, realizar las lecturas de las soluciones de conductividad, según lo indicado en los procedimientos descritos anteriormente, y haciendo uso de la marcha analítica para cada equipo.

a) Precisión

Tomar las Soluciones estándares de conductividad (9.7, 100, 1415 $\mu\text{S/cm}$) y hacer 10 lecturas de cada una, utilizando primero el conductímetro de campo y luego el conductímetro de mesa, según los procedimientos descritos anteriormente. Debe realizarse por un mismo analista.

Con los datos obtenidos, por cada equipo, determinar la Desviación estándar de los resultados y el coeficiente de variación, utilizando las fórmulas siguientes:

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

DONDE:

S = Desviación Estándar

n = Número de lecturas efectuadas

$\sum X$ = Sumatoria de los valores de las lecturas efectuadas

-Cálculo del coeficiente de variación

$$CV = \frac{S(100)}{\bar{X}}$$

DONDE:

- \bar{X} = Promedio Aritmético
 CV = Coeficiente de variación
 S = Desviación estándar

Para el cálculo del Promedio Aritmético:

$$\bar{X} = \frac{\sum X}{n}$$

El criterio de aceptación es CV menor o igual a 3.0%. (1)

b) **Repetibilidad**

Tomar una solución estándar de conductividad de concentración 100 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y analizarla 6 veces en cada uno de los equipos por el mismo analista y en el mismo día.

Con los datos obtenidos, de cada uno de los equipos, determinar el coeficiente de variación, haciendo uso de las fórmulas descritas en el literal (a) Precisión.

El criterio establecido es: Coeficiente de Variación, CV, menor o igual que 1.5%. (1)

c) Reproducibilidad

Tomar una solución estándar de conductividad de concentración $100\mu\text{S/cm}$ y efectuar la lectura en cada uno de los conductímetros, por triplicado. Dicha medición es efectuada por dos analistas, en días diferentes, en horario diferente; por cada equipo. Con los datos obtenidos, de cada uno de los equipos, determinar el coeficiente de variación, haciendo uso de las fórmulas descritas en el literal (a) Precisión.

El criterio establecido es CV menor o igual a 3.0%. ⁽¹⁾

d) Límite de Cuantificación (LC)

Tomar cuatro soluciones estándares de las siguientes concentraciones: (9.7, 100, 1415 $\mu\text{S/cm}$ y el estándar marca Corning de 1413 $\mu\text{S/cm}$) Determinar la conductividad por triplicado, para cada una de las soluciones y en cada equipo de conductividad.

Con los datos obtenidos determinar la desviación estándar según las fórmulas descritas en el literal (a) Precisión. A continuación determinar el Límite de Cuantificación utilizando la siguiente fórmula:

$$\text{LC} = (10) S / b$$

Donde:

LC= Límite de Cuantificación

b = Pendiente

S = Desviación estándar

10 = Constante

e) Límite de Detección

Tomar 3 soluciones estándar de concentración: 9.7, 100, 1415 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y determinar su conductividad por triplicado en cada equipo, por un mismo analista. Con los datos obtenidos, de cada uno de los equipos, determinar el coeficiente de variación, haciendo uso de las fórmulas descritas en el literal (a) Precisión.

Además, para el cálculo del Límite de Detección se utilizó la siguiente fórmula:

$$\text{LD} = \bar{x} + 3.33 (S)$$

Donde:

\bar{x} = Promedio de lecturas realizadas

3.33 = Constante

S = Desviación estándar de las lecturas realizadas

El criterio establecido es CV menor o igual a 3.0%. (1)

V. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

5.0 RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

CUADRO No. 1: Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa, CORNING; para la precisión.

| CONDUCTIMETRO MODELO CORNING (MESA) | | | | | |
|---|--|---|--|--|--|
| Parámetro a evaluar: Precisión | | | | | |
| Lectura Calibración del Equipo: 1413 $\mu\text{S/cm}$ (25.2°C) | | | | | |
| Fecha: 241006 | | | | | |
| <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) | <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) | <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) |
| 9.38 | 24.8 | 99.7 | 24.7 | 1375.0 | 25.0 |
| 9.75 | 25.0 | 100.0 | 24.7 | 1374.0 | 25.2 |
| 9.45 | 24.8 | 99.5 | 24.9 | 1382.0 | 24.9 |
| 9.55 | 25.2 | 101.3 | 25.2 | 1375.0 | 25.2 |
| 9.89 | 25.5 | 101.4 | 25.2 | 1376.0 | 25.2 |
| 9.74 | 24.4 | 95.2 | 25.3 | 1381.0 | 25.0 |
| 10.10 | 25.0 | 93.3 | 25.2 | 1380.0 | 25.0 |
| 10.17 | 25.2 | 95.3 | 24.9 | 1382.0 | 25.1 |
| 10.13 | 25.4 | 93.9 | 25.2 | 1379.0 | 24.9 |
| 10.43 | 25.0 | 95.0 | 25.2 | 1379.0 | 25.3 |
| $\Sigma = 98.59$ $\bar{X} = 9.859$ S=0.34536454 CV= 3.50304 | | $\Sigma = 974.6$ $\bar{X} = 97.46$ S=3.19207352 CV=3.27526 | | $\Sigma = 13783$ $\bar{X} = 1378.3$ S=3.0568684 CV=0.22178 | |

En el Conductímetro de mesa, no se demuestra precisión al emplear los estándares de 9.7 y 100 $\mu\text{S/cm}$. Sin embargo, el estándar de 1415 $\mu\text{S/cm}$. si cumple el parámetro de precisión; ya que éste último estándar presenta un valor del coeficiente de variación que entra en el rango del criterio de aceptación (CV menor o igual a 3.0%).

CUADRO No. 2: Lecturas obtenidas del conductímetro de campo, MYRON; para la precisión.

| CONDUCTIMETRO MODELO MYRON (CAMPO) | | | | | |
|---|--|---|--|--|--|
| Parámetro a evaluar: Precisión | | | | | |
| Lectura Calibración del Equipo soln. KCl 0.01M: 1300 $\mu\text{S/cm}$ (25.2°C) | | | | | |
| Fecha: 241006 | | | | | |
| <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) | <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) | <i>Lectura Efectuada con Std.</i> 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la solución Std.</i> (°C) |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 110 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 11 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 24.5 |
| 10 | 25.0 | 100 | 24.8 | 1300 | 25.0 |
| 11 | 25.0 | 100 | 24.5 | 1300 | 25.0 |
| 11 | 25.0 | 110 | 24.5 | 1300 | 24.5 |
| 10 | 25.0 | 100 | 24.8 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| $\Sigma = 103$ $\bar{X} = 10.3$ S=0.4583 CV=4.4495 | | $\Sigma=1020$ $\bar{X} = 102.0$ S= 4 CV=3.9215 | | $\Sigma= 13000$ $\bar{X} = 1300$ S = 0.0 CV= 0.0 | |

En el caso del conductímetro de campo, sucede el mismo fenómeno del conductímetro de mesa; solo el estándar de 1415 $\mu\text{S/cm}$ cumple con el criterio de aceptación (CV menor o igual a 3.0%)

Al analizar los equipos en conjunto, se logra evidenciar que los datos se mantienen constantes, aunque no son precisos.

CUADRO No. 3: Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa, CORNING; para la repetibilidad.

| CONDUCTÍMETRO MODELO CORNING | |
|---|--|
| Parámetro a evaluar: Repetibilidad | |
| Lectura de Calibración: 1413 $\mu\text{S/cm}$ (25.2°C) | |
| Fecha: 241006 | |
| <i>Lectura efectuada con Std. 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> |
| 96.0 | 24.3 |
| 96.0 | 24.7 |
| 96.9 | 25.0 |
| 96.0 | 24.8 |
| 99.2 | 25.0 |
| 100.1 | 25.0 |
| $\Sigma = 584.2$ | |
| $\bar{X} = 97.36$ | |
| $S = 1.6660$ | |
| $CV = 1.7111$ | |

En el presente cuadro, se puede evidenciar que el CV se encuentra fuera del rango de aceptación (CV menor o igual a 1.5%) por lo que el valor de CV no es aceptable. Tal situación ocurrió debido a cambios de temperatura del equipo, vibraciones en la mesa de trabajo, cambios en el voltaje de la fuente de energía, lo cual originó fluctuaciones en las lecturas del equipo.

CUADRO No. 4: Lecturas obtenidas del conductímetro de campo, MYRON; para la repetibilidad.

| CONDUCTÍMETRO MODELO MYRON | |
|---|--|
| Parámetro a evaluar: Repetibilidad | |
| Lectura de Calibración, soln. KCl 0.01M: 1300 μS/cm (25.2°C) | |
| Fecha: 241006 | |
| <i>Lectura efectuada con Std. 100 μS/cm (μS/cm)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> |
| 100 | 24.5 |
| 99 | 24.5 |
| 99 | 25.0 |
| 99 | 25.0 |
| 99 | 25.0 |
| 100 | 24.5 |
| $\Sigma = 596$ | |
| $\bar{X} = 99.33$ | |
| $S = 0.4714$ | |
| $CV = 0.4745$ | |

Del anterior cuadro se concluye que el conductímetro de campo tiene su CV dentro del rango del criterio de aceptación (CV menor o igual a 1.5%).

En tal caso, el conductímetro que brinda resultados más repetibles es el de campo.

CUADRO No. 5: Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa, CORNING; para la reproducibilidad.

| CONDUCTÍMETRO MODELO CORNING | | | |
|---|--|---|--|
| Parámetro a evaluar: Reproducibilidad | | | |
| Lectura de Calibración: 1413 $\mu\text{S/cm}$ (25.1°C) | | | |
| Fecha: 081106 | | Fecha: 11 11 06 | |
| Analista 1 | | Analista 2 | |
| <i>Lectura efectuada con Std. 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> | <i>Lectura efectuada con Std. 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> |
| 96.0 | 24.8 | 96.1 | 24.8 |
| 96.3 | 24.6 | 96.3 | 24.8 |
| 96.6 | 24.8 | 96.4 | 24.6 |
| $\Sigma = 288.9$ | | $\Sigma = 288.8$ | |
| $\bar{X} = 96.3$ | | $\bar{X} = 96.2667$ | |
| $S = 0.2449$ | | $S = 0.1247$ | |
| $CV = 0.2543$ | | $CV = 0.1295$ | |

En este cuadro se muestra que ambos analistas obtuvieron resultados de CV que se encuentran dentro del rango del criterio de aceptación (CV menor o igual a 3.0%), por lo que este equipo brinda resultados reproducibles.

CUADRO No. 6: Lecturas obtenidas del conductímetro de campo, MYRON; para la reproducibilidad.

| CONDUCTÍMETRO MODELO MYRON | | | |
|---|--|---|--|
| Parámetro a evaluar: Reproducibilidad | | | |
| Lectura de Calibración, soln. KCl 0.01M: 1300 $\mu\text{S/cm}$ (25.2°C) | | | |
| Analista 1 | | Analista 2 | |
| Fecha: 08 11 06 | | Fecha: 11 11 06 | |
| <i>Lectura efectuada con Std. 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> | <i>Lectura efectuada con Std. 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$)</i> | <i>Temperatura de la Solución Std. De Conductividad (°C)</i> |
| 100 | 25.0 | 100 | 25.0 |
| 100 | 25.0 | 100 | 25.0 |
| 100 | 25.0 | 100 | 25.0 |
| $\Sigma = 300$ | | $\Sigma = 300$ | |
| $\bar{X} = 100$ | | $\bar{X} = 100$ | |
| $S = 0.00$ | | $S = 0.00$ | |
| $CV = 0.00$ | | $CV = 0.00$ | |

En el caso del cuadro anterior, los resultados del CV de ambos analistas son iguales y cumplen con el criterio de aceptación (CV menor o igual a 3.0%), por lo cual son aceptables.

Dado que en ambos equipos el coeficiente de variación está dentro del rango especificado por el criterio de aceptación, se puede afirmar que éstos brindan lecturas reproducibles.

CUADRO No. 7: Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa, CORNING; para el límite de cuantificación.

| CONDUCTIMETRO MODELO CORNING | | | | | | | |
|---|---------------------------------|---|---------------------------------|--|---------------------------------|--|---------------------------------|
| Parámetro a evaluar: Límite de Cuantificación | | | | | | | |
| Lectura de Calibración del equipo: 1413 $\mu\text{S/cm}$ (24.6°C) | | | | | | | |
| Fecha: 11 12 06 | | | | | | | |
| Lectura de Std. Conductividad d 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 1413 $\mu\text{S/cm}$ (Corning) ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) |
| 10.27 | 24.8 | 92.5 | 24.2 | 1300 | 24.7 | 1417 | 24.7 |
| 10.17 | 25.0 | 92.8 | 24.5 | 1295 | 24.7 | 1419 | 24.7 |
| 10.26 | 24.7 | 92.4 | 24.2 | 1291 | 25.2 | 1420 | 24.7 |
| $\Sigma = 30.7$ $\bar{X} = 10.23$ S = 0.044969 | | $\Sigma = 277.7$ $\bar{X} = 92.57$ S = 0.169967 | | $\Sigma = 3886$ $\bar{X} = 1295.33$ S = 3.681787 | | $\Sigma = 4256$ $\bar{X} = 1418.67$ S = 1.247219 | |

En este cuadro se presentan los promedios de las lecturas realizadas en el conductímetro Corning. Estos promedios serán empleados en la figura No.1.

CUADRO No. 8: Lecturas obtenidas del conductímetro de campo, MYRON; para el límite de cuantificación.

| CONDUCTIMETRO MODELO MYRON | | | | | | | |
|---|---------------------------------|---|---------------------------------|--|---------------------------------|--|---------------------------------|
| Parámetro a evaluar: Límite de Cuantificación | | | | | | | |
| Lectura de Calibración del equipo, soln. De KCl 0.01M: 1300 $\mu\text{S/cm}$ (25°C) | | | | | | | |
| Fecha: 11 12 06 | | | | | | | |
| Lectura de Std. Conductividad d 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) | Lectura de Std. Conductividad d 1413 $\mu\text{S/cm}$ (Corning) ($\mu\text{S/cm}$) | Temperatura de la Solución (°C) |
| 11 | 24.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 | 1350 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 | 1350 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 | 1350 | 25.0 |
| $\Sigma = 31$ $\bar{X} = 10.33$ S = 0.471404 | | $\Sigma = 300$ $\bar{X} = 100$ S = 0.0 | | $\Sigma = 3900$ $\bar{X} = 1300$ S = 0.0 | | $\Sigma = 4050$ $\bar{X} = 1350$ S = 0.0 | |

De los datos recopilados en el cuadro No. 8, se utilizarán los promedios para elaborar la figura No. 1.

CUADRO No. 9: Resultados del límite de cuantificación.

| RESULTADOS LIMITE DE CUANTIFICACIÓN | | |
|-------------------------------------|-------------------|-----------------------|
| CONDUCTIVIDAD ROTULADA | LECTURA REALIZADA | |
| | EQUIPO MYRON L | EQUIPO MODELO CORNING |
| 9.7 | 10.33 | 10.23 |
| 100 | 100 | 92.5667 |
| 1413 | 1350 | 1418.6667 |
| 1415 | 1300 | 1295.3333 |

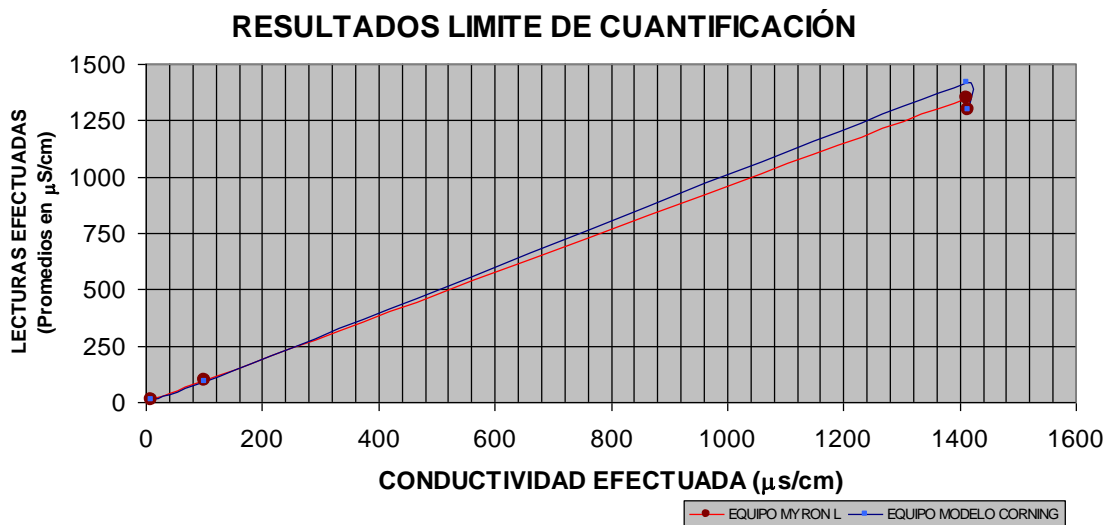


FIGURA No.1: Gráfica de las lecturas del límite de cuantificación (promedios).

En la figura No.1, se han representado los promedios de las lecturas realizadas en los conductímetros CORNING (Cuadro #7) y MYRON (Cuadro #8).

Equipo Modelo Corning:**- Cálculo del valor de la pendiente (b):**

$$b = Y_2 - Y_1 / X_2 - X_1$$

Donde:

Y_2, Y_1 = Valores promedios de lecturas efectuadas.

X_2, X_1 = Valores de conductividad rotuladas por los estándares

$$b = 92.5667 - 10.23 / 100 - 9.7$$

$$b = 0.9118$$

- Límite de cuantificación (LC)

$$LC = (10) S / b; \text{ donde:}$$

10= Constante.

S=Promedio de las desviaciones estándar del cuadro No. 7.

b=Pendiente.

$$LC = (10) 1.2859 / 0.9118 = 14.1028$$

Con respecto al valor de límite de cuantificación obtenido a partir de la pendiente y de los datos del cuadro No.7, podemos observar que la cantidad mínima capaz de cuantificar el conductímetro Corning es de 14.1028; basado en los resultados experimentales.

Equipo Myron:**- Cálculo del valor de la Pendiente (b):**

$$b = Y_2 - Y_1 / X_2 - X_1$$

Donde:

Y_2, Y_1 = Valores promedios de lecturas efectuadas.

X_2, X_1 = Valores de conductividad rotuladas por los estándares

$$b = 100 - 10.33 / 100 - 9.7$$

$$b = 0.9930$$

- **Límite de cuantificación (LC):**

$$LC = (10)S / b; \text{ donde:}$$

10= Constante.

S= Promedio de las desviaciones estándar del cuadro No. 8.

b= Pendiente.

$$LC = (10) 0.471404 / 0.9930 = 4.7472$$

En referencia a los datos del cuadro No.8 y de el resultado de la pendiente obtenida para el equipo Myron, el valor de Límite de Cuantificación fue de 4.7472; siendo ésta la cantidad mínima que dicho equipo es capaz de cuantificar; basado en resultados experimentales. El Conductímetro Myron posee un mejor límite de cuantificación que el conductímetro Corning, ya que el límite de cuantificación del primero es de 4.7472 $\mu\text{S}/\text{cm}$ mientras que el del segundo es de 14.1028 $\mu\text{S}/\text{cm}$, calculado estadísticamente, aunque en las lecturas experimentales detectó un promedio de 10.23 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

CUADRO No. 10: Lecturas obtenidas del conductímetro de mesa, CORNING; para el límite de detección.

| CONDUCTIMETRO MODELO CORNING | | | | | |
|--|---|--|---|---|---|
| Parámetro a evaluar: Límite de Detección | | | | | |
| Lectura de calibración del equipo. 1413 $\mu\text{S/cm}$ (25.1°C) | | | | | |
| Fecha: 26 10 06 | | | | | |
| <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) | <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) | <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) |
| 9.17 | 24.8 | 97.0 | 24.8 | 1333 | 24.9 |
| 9.10 | 24.6 | 95.3 | 24.9 | 1335 | 25.0 |
| 9.84 | 25.3 | 95.9 | 24.8 | 1333 | 25.0 |
| $\Sigma = 28.11$ $\bar{X} = 9.37$ S = 0.3335 CV = 3.5599 | | $\Sigma = 288.2$ $\bar{X} = 96.07$ S = 0.7040 CV = 0.7327 | | $\Sigma = 4001$ $\bar{X} = 1333.67$ S = 0.9428 CV = 0.0707 | |

En el conductímetro modelo Corning, el valor del CV del estándar de conductividad de 9.7 $\mu\text{S/cm}$ esta fuera del rango de aceptación, lo que indica que no es aceptable; mientras los estándares de 100 y 1415 $\mu\text{S/cm}$ presentan un CV dentro del rango de aceptación (CV menor o igual a 3.0%).

CUADRO No. 11: Lecturas obtenidas del conductímetro de campo, MYRON; para el límite de detección

| CONDUCTIMETRO MODELO MYRON | | | | | |
|--|---|--|---|---|---|
| Parámetro a evaluar: Límite de Detección | | | | | |
| Lectura de calibración del equipo, SOLN. KCl 0.01M. 1300 $\mu\text{S/cm}$ (25.0°C) | | | | | |
| Fecha: 26 10 06 | | | | | |
| <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 9.7 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) | <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 100 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) | <i>Lectura de Std. Conductividad</i> 1415 $\mu\text{S/cm}$ ($\mu\text{S/cm}$) | <i>Temperatura de la Solución</i> (°C) |
| 10 | 25.0 | 99 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 24.8 | 100 | 25.0 | 1300 | 25.0 |
| 10 | 25.0 | 100 | 25.0 | 1300 | 24.08 |
| $\Sigma = 30$ $\bar{X} = 10$ S = 0.00 CV = 0.00 | | $\Sigma = 299$ $\bar{X} = 99.67$ S = 0.4714 CV = 0.4729 | | $\Sigma = 3900$ $\bar{X} = 1300$ S = 0.00 CV = 0.00 | |

Al analizar el cuadro #11, se resume que las tres soluciones de referencia, de conductividad empleadas en el conductímetro modelo MYRON, cumplen con el criterio de aceptación (CV menor o igual a 3.0%); debido a que sus CV se encuentran dentro del criterio de aceptación.

LIMITE DE DETECCIÓN:

Para el cálculo del Límite de Detección, se utilizó la siguiente fórmula:

$$LD = \bar{X} + 3.33 (S) \quad (5)$$

En donde:

LD = Límite de detección

\bar{X} = promedio de lecturas efectuadas en cada equipo.

3.33 = constante

S = desviación estándar de los resultados obtenidos en cada equipo.

Para el caso del Conductímetro de mesa, en las lecturas efectuadas con el estándar de $9.7\mu\text{S}/\text{cm}$, tenemos:

$$LD = 9.37 + 3.33 (0.3335)$$

$$LD = 4.23 \mu\text{S}/\text{cm}.$$

Para el caso del Conductímetro de campo, en las lecturas efectuadas con el estándar de $100.0 \mu\text{S}/\text{cm}$, tenemos:

$$LD = 99.67 + 3.33 (0.4714)$$

$$LD = 48.55 \mu\text{S}/\text{cm}.$$

CUADRO No.12: Valores obtenidos de Límites de Detección, para cada equipo de conductividad, utilizando los estándares de referencia de 9.7, 100 y 1415 $\mu\text{S/cm}$

| Std. Utilizado ($\mu\text{S/cm}$) | LD, CONDUCTIMETRO DE MESA($\mu\text{S/cm}$) | LD, CONDUCTIMETRO DE CAMPO($\mu\text{S/cm}$) |
|-------------------------------------|---|--|
| 9.7 | 4.23 | 0 |
| 100 | 69.98 | 48.55 |
| 1415 | 1260.52 | 0 |

En el cuadro No.12, se puede evidenciar que los valores de límite de detección de los estándares de 9.7 y 1415 $\mu\text{S/cm}$, para el conductímetro de campo, da resultados de cero, lo cual es debido a que las lecturas efectuadas en este equipo son constantes con lo cual no se genera un valor para la desviación estándar. La cantidad mínima que el equipo de campo puede detectar utilizando una solución estándar de conductividad de 100 $\mu\text{S/cm}$, es de 48.55 $\mu\text{S/cm}$.

VI. CONCLUSIONES

6.0 CONCLUSIONES

- 1 En la evaluación del parámetro de Repetibilidad se demostró experimentalmente que el equipo Myron L brinda resultados repetibles; contrario al modelo Corning el cual no brinda resultados repetibles ya que el criterio de aceptación no fue cumplido.
- 2 Debido a la sensibilidad del equipo de mesa, a las fluctuaciones de temperatura ambiente, vibraciones, cambios de voltaje, etc. las lecturas con los estándares fueron muy variables, lo cual no permitió que se obtuvieran resultados repetibles, por el contrario en el equipo de campo, la repetibilidad se cumple.
- 3 El conductímetro de mesa (Corning) es bastante selectivo al momento de realizar las lecturas de conductividad eléctrica; ya que los estándares de la misma marca de este conductímetro, brindan mejores resultados que los estándares que no son de marca Corning.
- 4 Ambos equipos brindan resultados reproducibles, con lo cual se puede garantizar que diferentes analistas, en condiciones distintas obtienen similares resultados. Esto brinda una idea de la capacidad de los equipos de proporcionar datos certeros al ser manipulados por analistas diferentes.

- 5 Basándonos en los resultados experimentales, el conductímetro de campo proporciona una mejor detección de las soluciones estándares de conductividad evaluadas que el conductímetro de mesa.
- 6 Existen variaciones en las lecturas de conductividad del conductímetro de mesa (corning), las cuales puedan ser originadas por fluctuaciones ambientales, que deben ser mejor estudiadas para poder controlarlas y resolver el problema.
- 7 Durante el tiempo de realización de la parte experimental, se comprobó que el uso no constante de los equipos, principalmente el conductímetro de mesa conlleva a resultados menos satisfactorios.
- 8 El valor rotulado por el fabricante en la solución de referencia de conductividad de $1415 \mu\text{S}/\text{cm}$ no fue demostrado experimentalmente.
- 9 Por los resultados estadísticos obtenidos en la parte experimental podemos afirmar que ambos equipos no cumplen con los parámetros de desempeño evaluados; a excepción del parámetro de repetibilidad.

VII. RECOMENDACIONES

7.0 RECOMENDACIONES

- 1 Tener un control estricto de las variables (temperatura, vibraciones, ruido, etc.) que puedan influir en la calidad de los resultados y los equipos sean manipulados correctamente por el analista.
- 2 Dar continuidad a esta investigación para generar la documentación completa, llevando a cabo la validación del método, que garantice la obtención de datos confiables, utilizando estándares certificados de proveedores calificados.
- 3 Calibrar los equipos con estándares de referencia de la misma marca del equipo a utilizar, ya que por cuestiones de marca, éstos vienen diseñados para ser calibrados con soluciones de conductividad iguales a las del fabricante del equipo.
- 4 Mejorar las instalaciones del laboratorio de análisis fisicoquímico de aguas de la Facultad de química y Farmacia de la Universidad de El Salvador en cuanto a condiciones de temperatura, vibraciones en las mesas de trabajo, fluctuaciones en la energía eléctrica, para garantizar el óptimo desempeño de los equipos y generar resultados de calidad.

- 5 Destinar un área específica del laboratorio de análisis para el Conductímetro de mesa, y llevar un expediente de calibración y mantenimiento preventivo del mismo, con el fin de darle un uso continuo y adecuado.

- 6 Realizar calibraciones internas diariamente, aunque no se utilicen los equipos para realizar análisis, de acuerdo a un procedimiento escrito, que permita verificar el buen funcionamiento de los equipos.

- 7 Programar periódicamente el mantenimiento de los equipos; el cual será realizado por proveedores de servicio, para garantizar el buen funcionamiento de los mismos.

BIBLIOGRAFÍA

1. APHA, AWWA, WPCF. 1992.
Métodos Normalizados para el análisis de aguas potables y residuales.
Madrid, España
Editorial Díaz de Santos, S.A.
2. Colegio de Químicos y Farmacéuticos 2006, Diplomado en Buenas Prácticas de Laboratorio en la Industria Farmacéutica/ (modulo 2, Validación de Métodos Analíticos, S.S. El Salvador) , 72p
3. Convección Farmacopeica de los Estados Unidos. 2005
Farmacopea de los Estados Unidos de América, 29^a ed., Formulario Nacional, 24^a.ed.
Twinbrook 12601 park way, Rock Ville, MO 20852, Estados Unidos de América.
4. Corning Incorporated.
Instruction Manual M541, Conductímetro de mesa (PINNACLE)
5. EURACHEM working group. 1998
The fitness for purpose of analytical methods. A laboratory guide to method validation and related topics.
English edition. 1.0
6. Fernández A. Validación de Métodos Analíticos. III Taller de Validación.
1996: 10-29

7. Razo Muñoz, C. 1998
Cómo elaborar y asesorar una investigación de tesis
México
Editorial Pearson Prentice Hall
200p

8. Universidad Centroamericana José Simeón Cañas. Curso de Validación.
2000.

9. <http://members.tripod.com/arturobola/conducti.htm>
Consultado el 14 de mayo de 2006.

10. http://ar.geocities.com/c_arano/index.html
Consultado el 14 de mayo de 2006.

ANEXOS

ANEXO N° 1.

Tabla N° 1. Valores de conductividad de algunas muestras típicas.

| Temperatura de la muestra 25 ° C | Conductividad, $\mu\text{S/cm}$ |
|-----------------------------------|---------------------------------|
| Agua ultrapura | 0.05 |
| Agua de alimentación a calderas | 1 a 5 |
| Agua potable | 50 a 100 |
| Agua de mar | 53,000 |
| Solución de NaOH al 5% | 223,000 |
| Solución de NaOH al 50 % | 150,000 |
| Solución de HCl al 10 % | 700,000 |
| Solución de HCl al 32 % | 700,000 |
| Solución de HNO_3 al 31% | 865,000 |

ANEXO N ° 2.

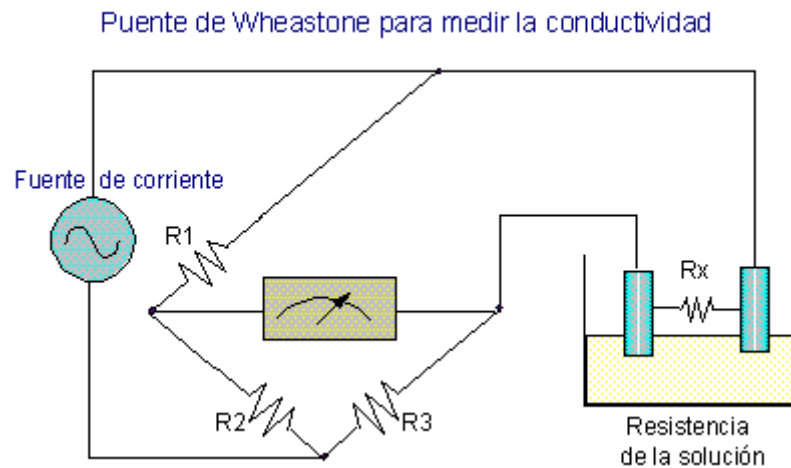


Fig. N° 2 Puente de Wheastone para medir la Conductividad (9)

La medición eléctrica se efectúa mediante un puente de Wheastone para medir resistencias.

Las resistencias R_1 y R_2 son fijas y su valor va de acuerdo al intervalo de conductividad que se pretende medir. La resistencia R_x es la que proporciona la solución a la cual se le va a medir la conductividad. La resistencia R_3 se varía en forma continua hasta poner en equilibrio el puente, de tal forma que no pase corriente hacia el medidor.

ANEXO N° 3

Tabla N° 2. Equivalencias entre unidades y formas más frecuentes de expresarlas. (9)

| | Unidad de Conductividad | Submúltiplo 1/1000 | Submúltiplo 1/1000000 |
|---|--------------------------------|---------------------|-----------------------|
| Principal | 1 S/cm | 0,001 S/cm | 0.000001 S/cm |
| Otras formas utilizadas para nombrar las unidades | | 1 mS/cm | 1 µS/cm |
| | | | 0,001 mS/cm |
| | 1 S . cm⁻¹ | | |
| | 1 mho/cm | 1 mmho/cm | 1 µmho/cm |
| | 1 mho . cm⁻¹ | | |
| | | 1000µS/cm | |
| | | 1000 µmho/cm | 0.001mmho/cm |
| | | 1 dS/m | 0,001 dS/m |
| | | | 1 CE |
| Equivalencias entre las cuatro unidades mas utilizadas en hidroponía | | | |
| 1 CE = 0.01 CF = 0.001 dS/m = ~ 0.64 ppm | | | |

ANEXO Nº 4

DETERMINACIÓN DE CONSTANTE DE CELDA ₍₁₎

Ambientar la celda de conductividad con una porción de solución de Cloruro de Potasio (KCl) 0.01 M



Repetir este proceso dos veces más



Ajustar la T^o de una cuarta porción de solución de KCl 0.01M a 25°C ± 0.1°C



Medir su resistencia y anotar el valor térmico



Con los datos obtenidos, se aplicarán las fórmulas estadísticas descritas en los procedimientos

DETERMINACIÓN DE LA CONDUCTIVIDAD ₍₁₎

Ambientar la celda con una o más porciones de cada una de las soluciones estándares de referencia (9.7, 100 y 1415 μS) respectivamente



Ajustar la Temperatura de una última porción de solución estándar de referencia a determinar, a 25°C ± 0.1°C



Medir la Resistencia o Conductividad de la solución estándar de referencia y anotar su valor, así como la temperatura en °C a la que se determina la medición



Con los datos obtenidos se aplicarán las fórmulas estadísticas descritas en los procedimientos de la Parte Experimental

Fig. Nº 3 Marcha Analítica a seguir en la parte experimental.

ANEXO No.5



Figura No.4: Fotografía de Conductímetro de campo, modelo Myron.



Figura No. 5: Fotografía de Conductímetro de mesa, modelo Corning.