

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



VALIDACION DEL METODO EPA 7473 PARA ANALISIS DE MERCURIO
EN AGUA Y SUELO

TRABAJO DE GRADO EN MODALIDAD PRACTICA PROFESIONAL
SUPERVISADA

PRESENTADO POR
KEVIN ERNESTO CUSTODIO MARTINEZ

PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIADO EN QUIMICA Y FARMACIA

SEPTIEMBRE 2023

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA.

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR

MAESTRO ROGER ARMANDO ARIAS ALVARADO

SECRETARIO GENERAL

MAESTRO FRANCISCO ANTONIO ALARCON SANDOVAL

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANA

LICDA. REINA MARIBEL GALDAMEZ

SECRETARIA

LICDA. EUGENIA SORTO LEMUS

DIRECCION DE PROCESOS DE GRADO

DIRECTORA GENERAL

M.Sc. Ena Edith Herrera Salazar

TRIBUNAL EVALUADOR

Lic. Henry Alfredo Hernández Contreras

ASESOR DE AREA EN INDUSTRIA FARMACEUTICA, COSMETICA Y VETERINARIOS

M.Sc. Enrique Posada Granados

TUTORA

Licda. Corina Ivette Interiano Ramírez

LABORATORIO DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGÍA DEL LNSP-INS-MINSAL

JEFA DE LABORATORIO

Licda. Celina Stefanie Valle Elías

TUTORA

Licda. Cindy Rebeca Martínez Linares

DEDICATORIA

A mis amados padres, Ernesto Custodio y Ana Martínez, cuyo inquebrantable apoyo ha sido un faro de luz a lo largo de mi travesía académica. Vuestras palabras de aliento, los valores que me han inculcado y vuestro ejemplo de perseverancia han sido mi mayor inspiración. Agradezco vuestro constante respaldo y la fuerza que me han brindado para seguir adelante.

A mis queridos hermanos, Fátima y Melvin, cuya presencia y apoyo constante en mi vida son un regalo inestimable. Su compañía y amor han enriquecido mi camino.

A mi amada abuela, Angela Moreno, y a mi querida tía Esther Custodio, cuyo cariño y apoyo incondicional han sido un pilar fundamental en mi vida. En los momentos más desafiantes, vuestra presencia y aliento me han sostenido.

En memoria de Rosa Calderón, cuyo legado de fortaleza y luz ha dejado una huella imborrable en mi persona y en toda mi familia. Su inspiración siempre vivirá en nuestros corazones.

A mis entrañables amigos, Dilan Hernández, Santiago Velasco, Cristian Nerio y Marlon Medrano, cuya amistad, apoyo y compañía han enriquecido mi vida de innumerables maneras.

A mi amada novia, Teresa Medrano, quien ha sido mi fuente de fortaleza y amor inquebrantable durante los desafiantes años de mi carrera universitaria. Tu apoyo constante y tu amor han sido mi motor para superar obstáculos y convertirme en una mejor persona.

Es gracias a todos ellos que hoy veo culminada una de mis metas más importantes. Vuestra influencia y apoyo han sido invaluable, y esta tesis es un tributo a cada uno de ustedes.

AGRADECIMIENTO

Deseo comenzar expresando mi más profundo agradecimiento a Dios Todopoderoso, quien me ha otorgado sabiduría, fortaleza y valor para superar los obstáculos en este arduo camino. Agradezco por guiar mi camino y por haberme rodeado de personas bondadosas que han sido mi apoyo constante.

A mis padres, cuyo incansable esfuerzo y dedicación han proporcionado las herramientas necesarias para que pudiera avanzar en la realización de mis metas. Su sacrificio ha sido un faro en mi vida.

A Cristian Nerio, Bryan Galdámez y Rafael Castillo, cuyo inestimable apoyo y ayuda me permitieron avanzar en mi proceso académico. También agradezco a Delfina y Maribel Nerio por su comprensión y apoyo a lo largo de mi vida como estudiante.

A la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, por su papel fundamental en fomentar la perseverancia y transmitir valiosos conocimientos que nos han formado como profesionales y ciudadanos comprometidos.

A mis asesoras de trabajo de grado, Licda. Cindy Martínez y Licda. Corina Interiano, por su tiempo, dedicación y orientación, que fueron esenciales para culminar esta Práctica Profesional Supervisada.

A mi mentor y amigo, Lic. Wilfredo Belteton, y Lic. Beatriz Pérez, por su invaluable ayuda, apoyo y paciencia a lo largo de la realización de este proyecto. Su mentoría ha sido esencial para mi crecimiento.

Al Laboratorio de Alimentos y Toxicología, donde se llevó a cabo mi pasantía, por su colaboración y contribución significativa a la educación y formación de estudiantes.

A todas las personas involucradas en la investigación y las entidades internas de la Universidad de El Salvador, así como a los docentes, por su valiosa contribución a mi desarrollo académico y personal.

Con gratitud eterna

INDICE GENERAL

	Pag N°
Introducción	X
Capitulo I. Plan de Trabajo	11
Capitulo II. Informe de Prácticas Profesionales Supervisadas	56
Capitulo III. Producto Final	67
Capitulo IV. Conclusiones	87
Capitulo V. Recomendaciones	89
Bibliografía	
Anexos	

INDICE DE TABLAS

Tabla N°		Pág. N°
1	Límite máximo permisible de mercurio para agua de consumo humano según el RTS 13.02.01:14.	34
2	Concentraciones de referencia totales (CRT) por tipo de uso de suelo.	35
3	Datos obtenidos por el análisis en DMA-80 evo.	41
4	Registro de equipos utilizados durante la obtención de información.	41
5	Resumen de resultados obtenidos a la concentración de $x \mu\text{g}/\text{mL}$ y ug/mL para evaluar la linealidad del sistema.	41
6	Resumen de las desviaciones estándares y sus respectivos coeficientes de variación (cv).	42
7	Determinación de parámetros para Agua y suelo.	42
8	Tabla resumen de resultados con su especificación para el método.	43
9	Parámetros a presentados en el resume del informe de validación.	45-47
10	Elementos para calcular el Límite de Detección y Límite de Cuantificación.	52
11	Elementos para calcular la incertidumbre	52
12	Parámetros a presentados en el resume del informe de validación.	69-71
13	Tabla resumen de validación de Método Analítico Determinación Directa de Mercurio en Agua de consumo humano por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica	83
14	Tabla resumen de validación de Método Analítico Determinación Directa de Mercurio en suelos por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica	85

INDICE DE FIGURAS

Figura N°		Pág N°
1	Organigrama institucional del Ministerio de Salud	13
2	Organigrama de Laboratorio de Alimentos y Toxicología	15

INDICE DE CUADROS

Cuadro N°		Pág N°
1	Actividades y funciones realizadas por parte del estudiante.	20
2	Formato para la redacción del protocolo de validación.	25
3	Propiedades físicas y químicas del suelo.	28-29
4	Componentes del suelo, sus principales elementos minerales y componentes orgánicos.	29-30
5	Parámetros a validar para métodos normalizados	36

INDICE DE ANEXOS

ANEXO N°

- 1 Método 7473 mercurio en sólidos y soluciones mediante descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.
- 2 Esquema de dma-80 evo
- 3 Norma Oficial Mexicana sobre Suelos
Norma mexicana nmx-aa-132-scfi-2006 “muestreo de suelos para la identificación y la cuantificación de metales y metaloides, y manejo de la muestra”
- 4
- 5 Reglamento Técnico salvadoreño sobre Agua
- 6 Guía de validación de métodos analíticos fisicoquímicos del organismo salvadoreño de acreditación
- 7 Especificaciones del equipo dma-80 evo
- 8 Partes del equipo dma-80 evo
- 9 Cálculos para agua potable
- 10 Cálculos para suelos

INTRODUCCION

El mercurio es un producto químico altamente tóxico y persistente, considerado por la Organización Mundial de la Salud como uno de los principales desafíos para la salud pública. Para abordar sus efectos negativos en el medio ambiente y la salud humana, es crucial estudiar las concentraciones de mercurio en diferentes matrices ambientales, como el suelo y el agua.

En El Salvador, existen valores de referencia para la concentración de mercurio en el agua establecidos en el Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 Agua de Consumo Humano. Sin embargo, no existen regulaciones específicas en el país que aborden la presencia de mercurio en el suelo. Por lo tanto, se utiliza como referencia la Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004.

El Laboratorio de Alimentos y Toxicología del Laboratorio Nacional de Salud Pública en El Salvador cuenta con un Analizador Automático de Mercurio para determinar los niveles de mercurio. Para garantizar la calidad de los resultados, es necesario validar el método utilizado, siguiendo los parámetros establecidos por la Organización Salvadoreña de Acreditación (OSA) en el Sistema de Gestión de Calidad G 9.6 Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos Versión 2.

El objetivo de este proyecto fué demostrar la idoneidad del método de determinación de mercurio en agua potable y suelo utilizando el Analizador Automático de Mercurio, validando los parámetros asociados según las directrices de la OSA. El programa de Prácticas Profesionales Supervisadas ha sido fundamental en el desarrollo de esta investigación, brindando experiencia práctica en la determinación y validación de mercurio, así como acceso a equipos especializados como el Analizador Automático de Mercurio.

Las Prácticas Profesionales Supervisadas han permitido aplicar los conocimientos teóricos en un entorno real y enfrentar desafíos concretos. Además, se han establecido contactos con profesionales del campo, lo que podría generar colaboraciones y oportunidades laborales futuras.

El resumen del informe de validación es de suma importancia, ya que demuestra la confiabilidad de la técnica y los equipos utilizados en el laboratorio, asegurando resultados precisos y cumpliendo con estándares de calidad. Al abordar la problemática de la presencia de mercurio en agua potable y suelos, este informe contribuye a proteger la salud pública al garantizar la disponibilidad de un método preciso y confiable para determinar los niveles de mercurio.

CAPITULO I
PLAN DE TRABAJO

I. TITULO

El programa es una práctica profesional supervisada que se desarrolló el Ministerio de Salud, Instituto Nacional de Salud Pública, Unidad de Laboratorio Nacional de Salud Pública, Laboratorio de Alimentos y Toxicología, Plataforma de Toxicología.

Validación del método EPA 7473 para análisis de mercurio en agua potable y suelos.

II. DESCRIPCIÓN DE LA ENTIDAD / DEPARTAMENTO

El Ministerio de Salud de El Salvador es una institución estatal que tiene como objetivo principal coordinar y proveer la atención de la salud de los salvadoreños, es por ello que tiene bajo su dirección El Instituto Nacional de Salud (INS).

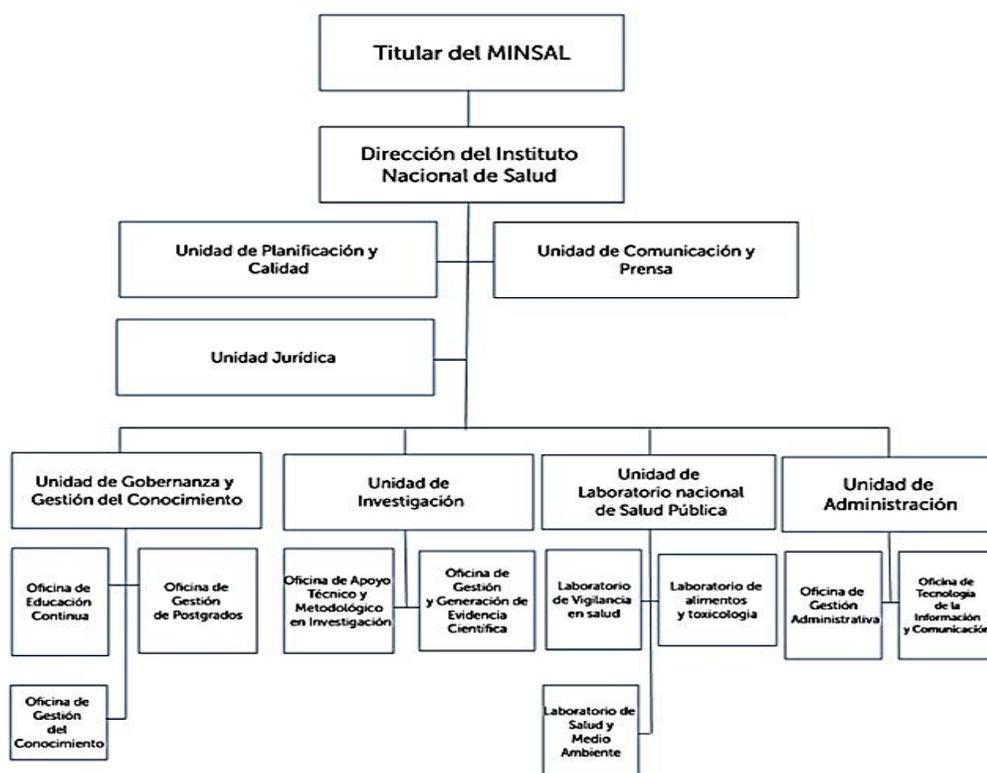


Figura N°1. Organigrama institucional del Instituto Nacional de Salud

El Instituto Nacional de Salud (INS) tiene como fin generar, transmitir y difundir conocimientos científico-tecnológicos y promover su incorporación para la solución de los problemas de salud de la población. El INS surgió para convertirse en el referente nacional de investigación en salud, que brinda rectoría y gestiona condiciones científico técnicas para la indagación de las causas de las enfermedades y sus determinantes, para la producción de evidencia científica que permita la toma de decisiones, dirigidas a la solución de los problemas de

salud pública que amenazan a la población. Para tales fines el INS ha venido estableciendo coordinaciones con otras instituciones como universidades, organismos de cooperación internacional, servicios de salud, sector público y privado.

El INS está conformado por tres áreas prioritarias: Escuela de Gobierno en Salud, Departamento de Investigaciones en Salud y el Departamento de Laboratorios Especializados, siendo el Laboratorio Nacional de Referencia (LNR), más conocido como Laboratorio Nacional de Salud Pública, la máxima figura de este último componente.

Dentro de la estructura del Laboratorio Nacional de Salud Pública se encuentran tres dependencias: Laboratorio de Vigilancia en Salud, Laboratorio de Salud y Medio Ambiente y el Laboratorio de Alimentos y Toxicología (LAT), el cual cumple una función muy importante dentro de la sociedad salvadoreña, puesto que posee la responsabilidad de velar por la calidad de los alimentos e insumos alimenticios que se comercializan y consumen a nivel nacional.

El LAT tiene como objetivo brindar servicios de análisis Físicoquímicos, Microbiológicos y Toxicológicos de calidad, en muestras de alimentos, biológicas y ambientales utilizando métodos estandarizados, manteniendo al personal capacitado, actualizado y comprometido a trabajar bajo la Norma Técnica Salvadoreña NTS ISO/IEC 17025:2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, para obtener resultados que garanticen la precisión, exactitud, integridad, trazabilidad, confidencialidad y satisfacción de sus clientes.

Los servicios que presta este laboratorio son para soporte y apoyo en programas y funciones que desarrolla el Ministerio de Salud, entre ellos se encuentran:

- Vigilancia Microbiológicos, Físicoquímicos y Toxicológicos en Agua de Consumo Humano para dar cumplimiento al programa de la calidad del agua,
- Vigilancia de Vitamina A en azúcar, Hierro en Harina de maíz, trigo y pastas alimenticias, Yodo en Sal, para dar cumplimiento al programa de alimentos fortificados,
- Vigilancia de bebidas alcohólicas (Grado Alcohólico y Metanol)
- Vigilancia de Hielo
- Vigilancia de Agua envasada
- Vigilancia de Piscinas
- Vigilancia de Fórmulas Lácteas

- Intoxicaciones alimentarias
- Denuncias de alimentos
- Venta de servicios
- Licitaciones
- Tercería
- Registro Sanitario de Alimentos, Aguas y Bebidas Alcohólicas
- Vigilancia del Registro Sanitario
- Plomo en Sangre
- Colinesterasa en suero
- Metales en Suelo y sedimento,
- Estudios nutricionales, toxicológicos, etc.

La organización interna del laboratorio consiste en un equipo de 30 profesionales, organizados conforme al organigrama siguiente:

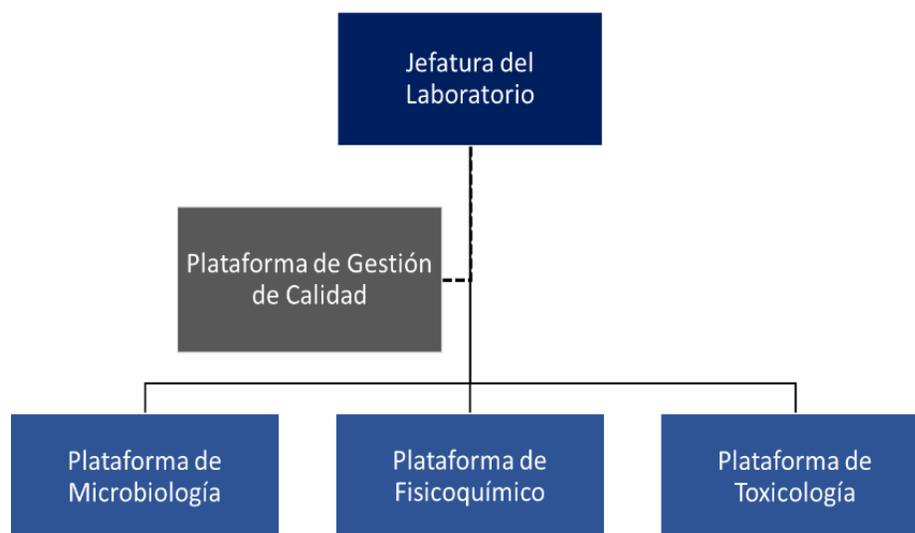


Figura N°2. Organigrama de Laboratorio de Alimentos y Toxicología

El Laboratorio de Alimentos y Toxicología del Ministerio de Salud se encuentra estructurado de manera administrativa bajo la jefatura del laboratorio y se divide organizadamente en plataformas donde se realizan las determinaciones de acuerdo a las disciplinas de los análisis; Plataforma de Físicoquímico, Plataforma de Toxicología, Plataforma de Microbiología y la Plataforma de Gestión de Calidad; a su vez cada plataforma es dirigida por una coordinación.

La plataforma de Toxicología, es el área dentro del Laboratorio de Alimentos y Toxicología del Ministerio de Salud donde se realizará la Práctica Profesional Supervisada. En esta plataforma se realizan determinaciones fisicoquímicas y toxicológicas a muestras de aguas, alimentos, muestras ambientales y biológicas.

Además, se realizan análisis de agua para consumo humano, entre las determinaciones que se realizan se encuentran: Concentración de cloro residual, dureza, turbidez, pH y sólidos totales disueltos, entre otros. (Fuente: Procedimiento Interno del Laboratorio).

III. ANTECEDENTES

En el Laboratorio de Alimentos y Toxicología del Ministerio de Salud no se realizaba el análisis de mercurio en muestras de suelos y aguas por lo cual la validación del método EPA 7473 constituyó un precedente para la determinación de mercurio en las matrices descritas y así verificar que cumplan con los parámetros de calidad que establecen las normas nacionales e internacionales.

3.1 Métodos para determinar mercurio.

Existen una variedad de métodos para la determinación de mercurio en aguas:

- Método por Absorción Atómica, para el Mercurio disuelto y suspendido, con límite de detección de 0.2-10 µg de Hg/L; para aguas potables, aguas de superficies, aguas salinas, agua de enjuagues e industriales.
- El método 245.1 (EPA 1979), el cual indica que el análisis de mercurio en agua y aguas residuales puede realizarse por técnicas de vapor frío, manual o automatizado. El cual consigue límites de detección de 0.2 µg de Hg/L y desviaciones estándar a niveles de 0.35 con recuperaciones entre 87% y 89%.
- Método 3500-Hg. APHA, AWWA, WEF. “Standards Methods for the Examination of Water and Wastewater” (Métodos Estándares para la Examinación del Agua y Agua de desecho) ⁽¹⁾
- Método EPA 7473: Mercurio en sólidos y soluciones por descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.

El análisis de mercurio en suelos puede realizarse por espectrometría de absorción atómica por vapor frío (CVAAS), en el cual se debe realizar previamente un proceso de digestión de la matriz a analizar. El mercurio se puede determinar de forma directa en la matriz sólida sin un tratamiento previo a través del uso de analizadores automáticos de mercurio. ⁽²⁾

3.2 Investigaciones realizadas en el salvador para la determinación de mercurio.

En El Salvador existen diferentes trabajos de investigación relacionados a la determinación de mercurio, a continuación, se citan algunas:

- 2004 br. Celia Corina Jiménez Larín en su tesis titulada “Validación de método para la determinación de mercurio en ríos de la zona metropolitana de San Salvador por espectrometría ultravioleta visible” en el cual concluye que la concentración mínima de mercurio que el método puede detectar es de 0.0024 mg/L. ⁽¹⁾
- En 2010 Carolina Ivonne Araujo Chevez en su tesis titulada “Cuantificación de plomo, mercurio y cadmio en agua de consumo humano de cinco comunidades de El Salvador por espectrofotometría de absorción atómica” en la cual se concluye que las concentraciones de los tres metales pesados analizados sobrepasan los límites permitidos, establecidos por la Norma Salvadoreña Obligatoria para la Calidad de Agua. Agua potable (NSO: 13.07.01:04) ⁽³⁾
- En el 2018, se publicó en el Volumen 1 Número 2 de la Revista Científica Multidisciplinaria de La Universidad de El Salvador, un Artículo científico enfocado en la “Determinación de Mercurio, Cadmio, Plomo y Arsénico en ríos de la zona minera de la subcuenca del río Titihuapa, Cabañas, El Salvador, C.A.” Los cuatro metales fueron determinados mediante técnicas de Absorción Atómica, método de horno, de grafito y método de generador de flama. Se determinó que las concentraciones de Mercurio están por debajo de los valores de Nivel de Efectos Leves (NEL) (0.2 mg/kg peso en seco) ⁽⁴⁾

3.3 Investigaciones realizadas internacionalmente para la determinación de mercurio.

- En el 2008, la Revista multidisciplinaria del consejo de investigación de la Universidad de Oriente publica el artículo académico “Determinación de Mercurio en suelos del sector minero Las Claritas, Estado Bolívar, mediante procesos analíticos de especiación y microscopía electrónica de barrido (MEP), Venezuela”. Los valores de Hg estuvieron por encima de los límites internacionales establecidos para suelos. Por otra parte, los resultados demuestran que la MEB puede ser una técnica viable para

evaluar contaminación mercurial en suelos en forma preliminar, debido a la rapidez de análisis. ⁽⁵⁾

- En 2008, Mercader, Flora, Raúl Herrera, and Juanito Carrasco. Publican la "Validación del Método de Medición de Hg en Agua por Espectrometría de Absorción Atómica con Sistema de Generación de Vapor Frío Utilizando Amalgamación en Trampa de Oro como Medio de Preconcentración", mediante los resultados obtenidos en la investigación, se concluyó que el método es adecuado para el propósito establecido, permitiendo conocer sus ventajas y limitaciones según los investigadores.

⁽⁶⁾

IV. DESCRIPCION DE ACTIVIDADES Y FUNCIONES

A través de las actividades que se describen en el cuadro N°1 se pretendió apoyar en la validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos.

Cuadro N°1. Actividades y funciones realizadas.

Actividad	Función
Lectura de los procedimientos y normas de confidencialidad que rigen el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología.	Adquirir compromiso de confidencialidad con la Institución.
Revisar la normativa vigente NTS ISO / IEC 17025:2017 Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, guía de validación de métodos fisicoquímicos OSA.	Indagar sobre la normativa nacional e internacional vigente y los parámetros a seguir para realizar una validación.
Lectura de todos los procedimientos operativos estandarizados relacionados al método para determinar mercurio en muestras de agua y suelos.	Desarrollar las competencias necesarias para el análisis.
Apoyar en la validación realizada por analistas del Laboratorio de Alimentos y Toxicología, sobre la determinación de mercurio en muestras de agua y suelo.	Aprender los fundamentos a tomar en cuenta a la hora de realizar una validación.
Verificar el parámetro linealidad del método aplicado.	Definir la capacidad del método para obtener resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito.
Verificar la exactitud del método aplicado.	Obtener el sesgo entre las mediciones.
Verificar la precisión del método aplicado.	Conocer el grado de dispersión entre las diferentes mediciones.
Verificar el límite de detección del método aplicado.	Determinar la menor cantidad de mercurio que puede medirse con certeza estadística razonable.
Verificar el límite de cuantificación del método aplicado.	Determinar la menor concentración de un analito que puede determinarse con precisión y exactitud aceptable.

Fuente: Elaboración propia.

V. JUSTIFICACION

El programa de Prácticas Profesionales Supervisadas es una reciente modalidad adoptada por la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, el programa sirvió para que los egresados cumplieran con el requisito establecido en el programa en el tiempo de 940 - 1026 horas y de esta manera alcanzar la obtención del título de Licenciatura en Química y Farmacia.

Con el cumplimiento del programa se vio beneficiado el egresado al obtener educación y promoción del conocimiento de nuevas generaciones de profesionales. Fortalecer los conocimientos del egresado; ya que fue una oportunidad de desarrollo no solo en el conocimiento teórico sino también el conocimiento práctico.

La Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador se vio beneficiada con la implementación de la Práctica profesional supervisada en el Laboratorio Nacional de Salud pública ya que permitió que los estudiantes egresados se familiaricen con las funciones que cumple como institución específicamente en el LABORATORIO DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGÍA en la plataforma de toxicología. Esto para contribuir a desarrollo de profesionales capacitados por medio de dicho programa implementado por la Facultad.

La práctica profesional supervisada se realizó en el Laboratorio Nacional de Salud Pública específicamente en el LABORATORIO DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGÍA, lo cual fue importante ya que se contó con personal altamente calificado, el cual con seguridad pudo transmitir conocimiento, competencia y experiencia a los estudiantes egresados para que pudieran desarrollarse de la mejor manera en un laboratorio.

Además, con el apoyo que se brinda a las actividades del Laboratorio Nacional de Salud Pública, se vio beneficiado el mismo con la realización de investigaciones y prácticas que se realizaron dentro de sus instalaciones.

A través de conocimientos teóricos y prácticos se apoyó en la validación del método EPA 7473 para análisis de mercurio en agua y suelos, realizada por analistas del Laboratorio De Alimentos Y Toxicología, se verificaron los diferentes

parámetros del método aplicado para su estudio y análisis dentro de las instalaciones.

Con la validación del método EPA 7473 se pretendió el aseguramiento de la calidad de los resultados para el Laboratorio Nacional de Salud Pública y que este lo utilice en futuras investigaciones y determinaciones de mercurio en suelo y agua, además, para la población salvadoreña marcó un avance en los análisis en agua que se utilizan en el país, así también como verificar la presencia de mercurio en agua y suelo.

VI. OBJETIVOS

6.1 OBJETIVO GENERAL

Validar el método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos.

6.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 6.2.1 Redactar el protocolo de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos.
- 6.2.2 Verificar los parámetros de desempeño de la linealidad, precisión, precisión exactitud, límite de detección, límite de cuantificación e incertidumbre para la determinación de mercurio en agua y suelos.
- 6.2.3 Elaborar el resumen del informe de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos.

VII. RESULTADO. PRODUCTO FINAL ESPERADO

El producto final partió desde la elaboración de un protocolo de validación que presenta el procedimiento, parámetros a evaluar y sus respectivas especificaciones, instrucción técnica para el uso adecuado de equipos y de preparación de reactivos, verificando el cumplimiento de los parámetros de desempeño, para finalmente elaborar el resumen del informe de validación.

Toda medición analítica fue realizada con el objeto de obtener datos que sean consistentes, confiables y exactos, lo cual se logra si se utiliza un método analítico validado, por tanto, la validación fue un paso importante para asegurar que los resultados entregados por un método, sean confiables. Así mismo, el objetivo fue determinar con fundamentos estadísticos que el método utilizado es adecuado para los fines previstos.

Para la realización de la validación se efectuaron tres pasos, el establecimiento del protocolo de validación, la ejecución de la validación y la elaboración del resumen del informe de validación.

7.1 Realización del producto final

7.1.1 Redacción de protocolo de validación

El protocolo debió ser fechado y firmado por los responsables de la validación o persona designada por el laboratorio y debió incluir como mínimo lo siguiente:

- Identificación
- Objetivo
- Alcance
- Responsables
- Parámetros a estudiar y los correspondientes criterios de aceptación
- Muestras (matrices)
- Equipos, reactivos y materiales de referencia involucrados en la validación
- Referencia del método analítico a validar
- Procedimiento para la determinación de los parámetros a evaluar

7.1.2 Formato de protocolo de validación

Cuadro N°2. Formato para la redacción del protocolo de validación.

PROTOCOLO DE VALIDACION EN LA DETERMINACION DE MERCURIO EN AGUA Y SUELOS.		
Elaborado por:	Superviso:	Autorizo:
Firma y Fecha	Firma y fecha	Firma y fecha

Fuente: Elaboración Propia.

7.1.3 Realización de la validación

Una vez aprobado el protocolo se procedió a hacer la validación de acuerdo a lo planificado, analizando los parámetros que se realizaron los cuales fueron:

- Linealidad
- Exactitud
- Precisión.
- Límite de Cuantificación
- Incertidumbre

7.1.4 Elaboración del resumen del informe de validación

El resumen del informe de validación contuvo la información suficiente para poder concluir acerca de la validación que se ha desarrollado.

Debió incluir:

- Hacer referencia al protocolo utilizado
- Parámetros validados 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

Además, fue autorizado por o las personas asignadas por el laboratorio. (7)

7.2 Cumplimiento de los parámetros de validación del método epa 7473 para análisis de mercurio en agua y suelos.

Para verificar el cumplimiento de los parámetros obtenidos en el proceso de validación del método se llevó a cabo una revisión bibliográfica de la guía para validación de métodos analíticos fisicoquímicos otorgada por el Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA), y el procedimiento interno de validación del Laboratorio Nacional de Salud pública.

Se evaluaron los parámetros: linealidad, precisión por recuperación, precisión intermedia, exactitud, especificidad e incertidumbre. Además, se realizó un reporte con los resultados obtenidos y el certificado de validación. (7)

VIII. MARCO TEORICO

8.1 El agua.

El agua es uno de los componentes fundamentales de los seres vivos, de la superficie total de la tierra más del 70% es ocupado por el agua que forma los océanos y los mares. naturalmente se presenta en estado líquido sólido o gaseoso. El volumen total de agua que se encuentra disponible en el planeta no ha variado en los últimos 40 mil años, pero no se puede decir lo mismo sobre su calidad, esto debido mayormente al crecimiento de la población y de las actividades asociadas. (8)

8.2 El suelo.

La palabra suelo tiene varios significados, su significado tradicional se define como el medio natural para el crecimiento de las plantas. También se ha definido como un cuerpo natural que consiste en capas de suelo (horizontes de suelo) compuestas de materiales minerales meteorizados, materia orgánica, aire y agua. El suelo es el producto final de la influencia del tiempo y combinado con el clima, topografía, organismos (flora, fauna y ser humano) de materiales parentales (rocas y minerales originarios). Como resultado el suelo difiere de su material parental en su textura, estructura, consistencia, color y propiedades químicas biológicas y físicas. (9)

8.3 Composición y propiedades físicas y químicas del suelo.

El desconocimiento de las propiedades físicas del suelo, puede resultar en la degradación del mismo y con ello la pérdida de sus principales funciones ecosistémicas y su capacidad productiva. Es importante reconocer las propiedades físicas de un suelo a fin de dispensar el manejo más apropiado y así producir de una manera más sustentable. (10)

Cuadro N°3. Propiedades físicas y químicas del suelo. (11)

PROPIEDAD		DENOTA	IMPORTANCIA
FÍSICAS	Textura	La distribución del tamaño de las partículas sólidas que componen un suelo.	Ayuda a estimar atributos como la capacidad productiva, su comportamiento mecánico, capacidad de retención de agua, capacidad portante, velocidad de infiltración, densidad aparente, capacidad de usos (cuando se contrasta con la profundidad y pendiente).
	Estructura	Permite conocer cómo se organizan las arcillas, el limo y las arenas	por medio de esta propiedad se conoce como están formados los agregados del suelo.
	Densidad	La masa por unidad de volumen (M/V), se distingue dos tipos de densidades de acuerdo a la densidad de sus componentes sólidos y la del conjunto del suelo: - Densidad real: densidad de la fase sólida del suelo Densidad aparente: refleja la masa de una unidad de volumen de suelo seco y no perturbado, para que incluya la fase sólida y gaseosa.	con el valor obtenido podemos establecer equivalencias entre las relaciones masa/masa, que son la forma habitual de medir los parámetros del suelo, y las masa/superficie que son las utilizadas en la aplicación de fertilizantes o enmiendas para corregir deficiencias o problemas de acidez.

Cuadro N° 3 (Continuación)

PROPIEDAD	DENOTA	IMPORTANCIA	PROPIEDAD
QUÍMICAS	pH	indica el grado de acidez de la solución del suelo, pero no la acidez total del suelo.	influencia que tiene sobre el desarrollo de las plantas y la fauna del suelo, además incide en la velocidad y calidad de los procesos de humificación y mineralización, así como en el estado de determinados nutrientes.
	Cambio iónico	Procesos reversibles por los cuales las partículas sólidas del suelo absorben iones de la fase acuosa liberando al mismo tiempo otros iones en cantidades equivalentes, estableciéndose el equilibrio entre ambas fases.	Controla la disponibilidad de nutrientes para las plantas: K^+ , Mg^{2+} , Ca^{2+} , entre otros. - Interviene en los procesos de floculación-dispersión de arcilla - Determina el papel del suelo como depurador natural al permitir la retención de elementos contaminantes incorporados al suelo.

Cuadro N°4. Componentes del suelo, sus principales elementos minerales y componentes orgánicos. (11)

ELEMENTOS MINERALES	EJEMPLOS
Oxihidróxidos	Óxidos de hierro y aluminio en distinto grado de hidratación y sus hidróxidos.
Sales solubles	Cloruros, nitratos, algunos carbonatos y sulfatos, bicarbonatos, etc. Iones.
Sales poco solubles	Especialmente carbonato de calcio, sulfato de calcio (yeso).
Partículas	Limos y arenas de distinta naturaleza según los materiales de origen de cada suelo.

Cuadro N° 4 (Continuación)

COMPONENTES ORGÁNICOS	EJEMPLOS
Restos vegetales	Hojarasca, raíces, semillas, etc. (frescos o en proceso de biodegradación).
Fauna edáfica	Especialmente mesofauna y lombrices; microflora (algas, hongos, bacterias, etc.).
Humus	Materia orgánica biodegradable y convertida en productos más estables.

8.4 Mercurio.

El mercurio es un elemento químico, de número atómico 80. Es uno de los elementos estables más pesados presentes en la naturaleza. Dentro de sus propiedades físicas, vale la pena resaltar la elevada volatilidad del mercurio líquido, y su solubilidad relativamente elevada en todo tipo de solventes, incluso en agua. La presión de vapor a 20°C es 0,0012 mm, o 0,16 Pascales (760 mm equivale a una atmósfera, o en unidades del Sistema Internacional, 1013 hectopascales). La solubilidad del mercurio en agua a 25°C es 60 µg/L ⁽¹²⁾

Es un elemento que se encuentra presente de forma natural en el aire, el suelo y el agua, El mercurio presente de forma natural en la corteza terrestre puede provenir de la actividad volcánica, la erosión de las rocas o la actividad humana. Esta última es la principal causa de las emisiones de mercurio, se originan principalmente en centrales eléctricas, calefacciones y cocinas, de procesos industriales, de la incineración de residuos y de la extracción minera de mercurio, oro y otros metales. según la OMS es uno de los diez grupos de productos químicos que plantean especiales problemas de salud pública ⁽¹³⁾

8.4.1 Compuestos organomercuriales.

Una propiedad química central del mercurio es su capacidad para combinarse con la materia orgánica, formando enlaces Hg-C. Los compuestos organomercuriales fueron fabricados y usados por el hombre antes de advertir el importante papel que jugaban algunos de los compuestos más sencillos de este tipo en la eco toxicología del mercurio. El metilmercurio es en muchos casos un catión, que forma parte de una sal, por ejemplo, del nitrato. En otros casos, el

mercurio forma una segunda unión covalente; por ejemplo, el cloruro de metilmercurio es un compuesto que no tiene iones.

La unión C-Hg es relativamente débil, del orden de 65 kJ/mol, pero el metilmercurio, a diferencia de otros compuestos metil-metal es bastante estable en aire y en agua. Se oxida y se hidroliza con dificultad. Esta estabilidad se debe a que la unión Hg-O que se formaría en reemplazo de la unión Hg-C es también relativamente débil. El reemplazo del segundo cloruro por otro grupo metilo da origen al dimetilmercurio, que es una molécula no polar, por lo que forma un líquido volátil, cuyo punto de ebullición es 92°C. El mercurio también forma las especies etilmercurio.

8.4.2 Fuentes antrópicas (usos del mercurio).

Las fuentes antrópicas de mercurio derivan del uso que el hombre le ha dado al elemento y sus compuestos, y al procesamiento industrial a altas temperaturas de materiales que lo contienen, incluyendo los combustibles.

Las fuentes antrópicas del mercurio globalmente utilizadas son:

- Quemado de combustibles fósiles
- Minería artesanal de oro
- Producción de metales
- Producción de cemento
- Basura (incineración/ otros)
- Minería de oro en gran escala
- Producción de cloro - álcali
- Cremación

8.5 Convenio de minamata sobre el mercurio.

Reconociendo que el mercurio es un producto químico de preocupación mundial debido a su transporte a larga distancia en la atmósfera, su persistencia en el medio ambiente tras su introducción antropógena, su capacidad de bioacumulación en los ecosistemas y sus importantes efectos adversos para la salud humana y el medio ambiente.

Dentro de dicha normativa se promueve el uso de las mejores prácticas ambientales en los gabinetes dentales para reducir las liberaciones de mercurio y compuestos de mercurio al agua y al suelo.

El objetivo del tratado es proteger el medio ambiente y la salud humana de las emisiones y las liberaciones antropogénicas de este metal pesado tóxico. El convenio regula todo el ciclo de vida del mercurio: su suministro, comercio, uso, emisiones, liberaciones, almacenamiento y gestión de desechos y sitios contaminados.

Las partes del Convenio de Minamata trabajan para reducir, y donde sea posible eliminar, el uso de mercurio en la minería de oro artesanal y de pequeña escala, sin empujar a la clandestinidad a este sector que frecuentemente es informal. Esto se hace principalmente a través de la formalización, incluida la mejora de la transparencia y la responsabilidad en las cadenas de suministro de oro globales.

(14)

8.6 Método 7473 mercurio en sólidos y soluciones mediante descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.

Este método es aplicable para la determinación de mercurio total (orgánico e inorgánico) en sólidos, soluciones acuosas y soluciones digeridas. Este método se puede usar para la detección de mercurio total a partir de métodos de preparación de muestras de descomposición total, como el método 3052, o para la detección de compuestos o especies de mercurio extraídos o lixiviados a partir de métodos como los métodos de la serie 3000.

Usa calentamiento controlado en un horno de descomposición oxigenado para liberar el mercurio de las muestras sólidas y acuosas en el instrumento. La muestra se seca y luego se descompone térmica y químicamente dentro del horno de descomposición. Los productos de descomposición son transportados por el flujo de oxígeno a la sección catalítica del horno. La oxidación se completa y los halógenos y los óxidos de nitrógeno/azufre quedan atrapados. Los productos de descomposición restantes luego se llevan a un amalgamador que atrapa selectivamente el mercurio. Después de lavar el sistema con oxígeno para eliminar los gases restantes o los productos de descomposición, el amalgamador se calienta rápidamente y libera vapor de mercurio. El oxígeno que fluye transporta el vapor de mercurio a través de celdas de absorbancia ubicadas en

la trayectoria de la luz de un espectrofotómetro de absorción atómica de una sola longitud de onda. La absorbancia (altura del pico o área del pico) se mide a 253.7 nm en función de la concentración de mercurio. (Ver Anexo N° 1) ⁽¹⁵⁾

Requisitos para utilizar el equipo:

- Conocimiento básico sobre el manejo de equipos de laboratorio y las normas de seguridad.
- Capacitación específica en el uso del equipo DMA-80, incluyendo la calibración y la preparación de estándares.
- Acceso a una fuente de energía eléctrica para alimentar el equipo.
- Espacio adecuado en el laboratorio para instalar y operar el equipo de manera segura.

Fundamento del equipo:

- El equipo DMA-80 es un analizador directo de mercurio que utiliza la técnica de descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica para determinar la concentración de mercurio total en muestras de sólidos y soluciones
- El mercurio es un metal pesado, líquido y denso de color plateado, insoluble en agua y soluble en ácido nítrico
- El equipo permite realizar mediciones precisas y confiables de mercurio en diferentes tipos de muestras, con un rango de trabajo de 0,75 ng a 90 ng (2,5 µg/Kg - 900 µg/Kg) sin dilución de la muestra (Ver Anexo N° 2)

Equipos adicionales a utilizar:

- Espectrómetro de absorción atómica para la lectura de las absorbancias de las muestras
- Balanza analítica para pesar las muestras de sedimentos (0,1 g) o agua (0,2 g)
- Celdas de cuarzo para contener las muestras y los estándares durante la medición
- Pipetas de precisión para la transferencia de los estándares y las muestras al equipo
- Computadora con el software del equipo DMA-80 para el control y el registro de los resultados ⁽¹⁶⁾

8.7 Regulación salvadoreña sobre la presencia de mercurio en aguas y suelos.

El mercurio es considerado una sustancia peligrosa por el Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente (PNUMA) y existe una preocupación a nivel mundial sobre la manipulación de los desechos que se encuentran contaminados con éste. En El Salvador, actualmente no existe un sistema de gestión adecuado para estos desechos en sintonía con sus propiedades y peligros por lo que en su totalidad se mezclan con los desechos comunes representando un riesgo tanto para los seres humanos como para el medio ambiente.

El sistema normativo en general está determinado de manera jerarquizada, obedece a un orden lógico de autoridad legal, se toma como base el estudio realizado por el jurista, político y filósofo de origen austriaco Hans Kelsen, quien en su estudio establece una pirámide invertida en la muestra la supremacía de una ley sobre otra, este estudio permite la valoración en el sistema jurídico de cada país, ya en toda esa gama de leyes, decretos, reglamentos y la constitución es necesario reconocer cuál tiene más fuerza legal. ⁽¹⁷⁾

8.7.1 Límites máximos permisibles de mercurio en agua según el reglamento técnico salvadoreño RTS 13.02.01:14 agua. Agua de consumo humano. Requisitos de calidad e inocuidad.

El principal objetivo del RTS 13.02.01:14 es establecer los límites permisibles de los parámetros microbiológicos, físicos, químicos y radiológicos que debe cumplir el agua para el consumo humano ⁽¹⁸⁾

Tabla N°1. Límite máximo permisible de mercurio para agua de consumo humano según el RTS 13.02.01:14. ⁽¹⁸⁾

Parámetro	Límite Máximo Permisible (mg/L)
Mercurio	0,006

8.8 Concentración de referencia total de mercurio en suelos según norma oficial mexicana nom-147-semarnat/ssa1-2004.

Esta norma establece los criterios para determinar y caracterizar las concentraciones de remediación de suelos contaminados por mercurio entre otros metales, así como los criterios de remediación.

La concentración de referencia total (CR_T) se refiere a la masa del elemento químico regulado, expresada en mg, por unidad de masa del suelo en estudio, expresada en kg, base seca, por encima de la cual se considera existe riesgo de que se generen efectos adversos para la salud. La tabla expresa los valores de CR_T para mercurio en diferentes tipos de suelo.

Tabla N°2. Concentraciones de referencia totales (CR_T) por tipo de uso de suelo.

(19)

Contaminante	Uso agrícola/residencial/comercial (mg/Kg)	Uso industrial (mg/Kg)
Mercurio	23	310

Nota: a) en caso de que se presenten diversos usos del suelo en un sitio, debe considerarse el uso que predomine; b) cuando en los programas de ordenamiento ecológico y de desarrollo urbano no estén establecidos los usos del suelo, se usará el valor residencial. (19)

8.9 Norma mexicana nmx-aa-132-scfi-2006 “muestreo de suelos para la identificación y la cuantificación de metales y metaloides, y manejo de la muestra “

Esta Norma Mexicana especifica una práctica general para el muestreo de suelos cuyo contenido de metales y metaloides se pretende identificar y cuantificar en el sitio de investigación para su remediación en caso de contaminación. Se reconoce que tanto los procedimientos de muestreo como la remediación del suelo están sujetos a las características específicas del sitio y que ningún protocolo o conjunto de procedimientos cumplirá todas las condiciones. Se espera que se desarrollen pautas comunes para el muestreo de suelos usando este estándar. El uso de lo que se identifica aquí supone que ya existe un proceso sistemático de revisión de documentos, mapas e información del sitio para

determinar si una propiedad está o puede estar contaminada e identificar la ubicación de la posible contaminación. El tipo y el alcance de la contaminación se pueden determinar con base en la aplicación de los planes de muestreo y los métodos analíticos desarrollados en esta norma. (Ver Anexo N° 3 y anexo N° 4)

(20)

8.10 Validación de métodos de análisis

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. Según la guía de validación de métodos analíticos fisicoquímicos establecida por la OSA, los parámetros a validar para métodos normalizados son:

Cuadro N°5. Parámetros a validar para métodos normalizados. (7)

Parámetros	Cualitativo	Clasificación de componentes	Propiedad física
Selectividad/ Especificidad	No	No	No
Linealidad	No	Si	+
Exactitud	No	Si	+
Precisión	No	Si	Si
Límite de detección	Si	+	No
Límite de cuantificación	No	Si	No
Parámetros	Cualitativo	Clasificación de componentes	Propiedad física
Robustez	No	No	No
Incertidumbre	No	Si	Si

Nota 1: (+) Puede o no requerirse, dependiendo de la naturaleza del análisis o rango a validar.

Nota 2: El laboratorio podrá evaluar únicamente los parámetros de desempeño descritos en la referencia oficial del método siempre y cuando se encuentren disponibles.

8.10.1 Linealidad

Define la habilidad del método para obtener resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito. se evalúa al determinar el intervalo lineal y el intervalo de trabajo

8.10.1.1 Intervalo lineal

Se refiere a la capacidad de un método analítico para dar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito dentro de un intervalo dado.

8.10.1.2 Intervalo de trabajo

Es el intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable. El intervalo inferior del intervalo de trabajo está determinado por el límite de cuantificación. El extremo superior del intervalo de trabajo está definido por las concentraciones a las cuales se observan anomalías significativas en la sensibilidad analítica.

8.10.2 Exactitud

La evaluación práctica de la exactitud (veracidad) se fundamenta en la comparación de la media de los resultados de un método con relación a valores conocidos, es decir, la veracidad se determina contra un valor de referencia. Se dispone de dos técnicas básicas: Verificación con respecto a los valores de referencia de un material caracterizado y comparación con otro método caracterizado.

Para verificar la exactitud (veracidad) utilizando un material de referencia, se determina la media y la desviación estándar de una serie de réplicas de una prueba y se compara contra el valor caracterizado del material de referencia. El material de referencia ideal sería un material certificado de matriz natural, muy semejante a la muestra de interés. Claramente la disponibilidad de estos materiales es limitada.

Los materiales de referencia para una validación pueden ser:

- Preparados por adición de materiales típicos con materiales de referencia con pureza certificada u otros materiales de pureza y estabilidad adecuada.
- Materiales típicos bien caracterizados, de estabilidad verificada internamente y conservados para control de calidad interno.

8.10.3 Precisión

La precisión es medida mediante la repetibilidad, reproducibilidad y precisión intermedia.

8.10.3.1 Repetibilidad

Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas (un mismo analista, mismos aparatos y reactivos, etc.) en un mismo laboratorio y en un periodo de tiempo corto.

8.10.3.2 Precisión intermedia

Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra, pero en condiciones operativas diferentes (diferentes analistas, aparatos, días, etc.) y en un mismo laboratorio.

8.10.3.3 Reproducibilidad

Estudia la variabilidad del método bajo condiciones operativas diferentes y en distintos laboratorios. Esto aplica en caso de organizaciones con diferentes laboratorios y/o cuando se requiera transferir métodos. Este parámetro aplica únicamente a laboratorios que tienen cedés con las cuales poder compararse.

8.10.4 Límite de detección

El menor contenido que puede medirse con una certeza estadística razonable o la menor concentración del analito en una muestra que puede detectarse, pero no necesariamente cuantificarse bajo las condiciones establecidas de la prueba.

8.10.5 Límite de cuantificación

La menor concentración de un analito que puede determinarse con una precisión (repetibilidad) y una exactitud aceptable bajo las condiciones establecidas de la prueba.

8.10.6 Incertidumbre

La incertidumbre es un intervalo asociado con un resultado de medida que expresa el intervalo de valores que razonablemente pueden atribuirse a la cantidad que se está midiendo. Una estimación de la incertidumbre debe tener en cuenta todos los efectos reconocidos que operan en el resultado. Las incertidumbres asociadas con cada efecto se combinan de acuerdo con procedimientos bien establecidos. (7)

IX. DISEÑO METODOLOGICO

Se detalla a continuación empezando por el universo, describiendo las muestras, así como también las fuentes de información y todo el proceso metodológico que se llevó a cabo para la realización del resumen del informe de validación, el cual se detalla a continuación:

9.1 Tipo de estudio:

- Experimental: ya que se obtuvieron datos mediante pruebas en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología, y posteriormente se realizaron los respectivos tratamientos estadísticos.

9.2 Universo

No aplica ya que no se tiene ninguna inferencia estadística.

9.3 Muestra

No aplica.

9.4 Fuentes de información

- Fuentes de información primarias: libros y trabajos de investigación
- Guías nacionales e internacionales que especifique parámetros de calidad de aguas y suelos, guías de validación de métodos analíticos fisicoquímicos, normas nacionales e internacionales de calidad de agua y suelo.

9.5 Técnicas de obtención de información

- Para la investigación se utilizó una técnica bibliográfica para la obtención de información.
- Análisis documental: a través de la recuperación de información de fuentes primarias.

Tabla N° 3. Datos obtenidos por el análisis en DMA-80 evo.

Mx	Conc. añadida (ug /mL)	Conc. obtenida en DMA-80	Mx	Conc. añadida (µg /mL)	Conc. obtenida en DMA-80
A1			S1		
A2			S2		
A3			S3		
A4			S4		
A5			S5		

Fuente: Elaboración Propia

Se creó un registro en el laboratorio para gestionar y supervisar el uso de los equipos. Este registro documenta las fechas, horas, el equipo empleado y la persona encargada durante la recopilación de datos, siguiendo el siguiente formato:

Tabla N° 4. Registro de equipos utilizados durante la obtención de información.

REGISTRO DE EQUIPO UTILIZADO			
FECHA	HORA	EQUIPO	RESPONSABLE

Fuente: Elaboración Propia

Tabla N° 5. Resumen de resultados obtenidos a la concentración de x µg /mL y ug/mL para evaluar la linealidad del sistema.

N° de Replica	Concentración añadida (µg /mL); (ug/mL)	Y = Concentración obtenida (µg /mL); (ug/mL)	Y ²	Y - Y'	ŷ	S	CV (%)
1	X						
2	X						
3	X						
4	X						
5	X						
6	X						

Fuente: Elaboración Propia

Tabla N° 6. Resumen de las desviaciones estándares y sus respectivos coeficientes de variación (cv).

Concentración Teórica (ug/mL); ($\mu\text{g/mL}$)	\bar{Y}	$Y - Y'$	S	CV (%)
x				
x				
x				
x				
x				
Promedio				

Fuente: Elaboración Propia

A partir de estos datos, se procedió al cálculo de la regresión lineal. En caso de que la desviación estándar demostrara ser proporcional a la concentración, se optó por realizar un cálculo de regresión ponderado en lugar de una regresión lineal simple no ponderada. Los cálculos para determinar precisión, exactitud y límite de cuantificación se llevaron a cabo tras recopilar y procesar previamente los datos, y los resultados se documentaron en el siguiente formato:

Tabla N° 7. Determinación de parámetros para Agua y suelo.

Resultados de la exactitud del método para Benzoato de Sodio					
Concentración Teórica (ug/mL); ($\mu\text{g/mL}$)	x	x	x	x	x
Réplicas	Concentración Recuperada (ug/mL); ($\mu\text{g/mL}$)				
1					
2					
3					
4					
5					
6					
Media aritmética					
Desv. Estd					
Sesgo (b)					
Error relativo porcentual b%					
Recuperación aparente (%R)					
CV (Coeficiente de variación)					
Intervalo de confianza (IC)					

Fuente: Elaboración Propia.

Posteriormente del desarrollo de los cálculos, se realizó una tabla resumen en la que se plasmó los resultados, con su especificación para el método.

Tabla N° 8. Tabla resumen de resultados con su especificación para el método.

PARAMETRO EVALUADO		LIMITE	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION (Cumple / NC)
LINEALIDAD				
Intervalo Lineal				
Residuales		Aleatorios		Cumple/ NC
Intervalo del intercepto		Debe contener el valor cero		Cumple/ NC
Intervalo de Trabajo				
Coeficiente de determinación		$r \geq 0,98$		Cumple/ NC
RECUPERACIÓN, EXACTITUD (TANTO POR UNO)				
Nivel 1	Analista 1	80%-120%		Cumple/ NC
Nivel 1	Analista 2			Cumple/ NC
Nivel 2	Analista 1			Cumple/ NC
Nivel 2	Analista 2			Cumple/ NC
Nivel 3	Analista 1			Cumple/ NC
Nivel 3	Analista 2			Cumple/ NC
PRECISIÓN INTERMEDIA COMO CV				
Nivel 1		CV \leq 20 %		Cumple/ NC
Nivel 2				Cumple/ NC
Nivel 3				Cumple/ NC
REPETIBILIDAD COMO CV				
Analista 1	Nivel 1	CV \leq 10 %		Cumple/ NC
	Nivel 2			Cumple/ NC
	Nivel 3			Cumple/ NC
Analista 2	Nivel 1			Cumple/ NC
	Nivel 2			Cumple/ NC
	Nivel 3			Cumple/ NC
INCERTIDUMBRE DEL RESULTADO A REPORTAR		$\leq 20 \%$		Cumple/ NC
LÍM. DE DETECCIÓN DEL MÉTODO (LDM)		$\leq 33.333 \%$		Cumple/ NC
LÍM. DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO (LCM)		$\leq 100 \%$		Cumple/ NC

Fuente: Elaboración Propia.

9.6 procedimiento de uso del equipo, cristalería y reactivos

9.6.1 Preparación del equipo:

- Asegúrate de que el equipo esté limpio y en buen estado de funcionamiento.
- Verifica que todos los componentes estén correctamente instalados y calibrados según las especificaciones del fabricante.
- Realiza una serie de valores "en blanco" para determinar si el sistema está limpio y no tiene contaminación. (Ver Anexo N° 7 y anexo N° 8)

9.6.2 Preparación de las muestras:

- Pesa la muestra en un bote o celda de cuarzo, que tiene una capacidad máxima de 1,5 gramos de sólido o 1,5 ml de líquido.
- Transfiere automáticamente el peso de la muestra desde la balanza analítica al DMA-80 o introduce manualmente el peso de la muestra.
- Coloca la celda de cuarzo en el auto muestreador automático del equipo que tiene 40 posiciones.

9.6.3 Lectura de las muestras:

- Enciende el equipo y espera entre 15 a 20 minutos para que el sistema se acondicione.
- Crea un nuevo archivo para las muestras a analizar y guárdalo en la ruta correspondiente.
- Selecciona el archivo de calibración y de método que utilizarás en el análisis de las muestras.
- Ejecuta la medición de la muestra y espera a que el equipo realice la lectura.
- Registra los resultados de las muestras con la precisión adecuada (por ejemplo, 4 decimales).

9.6.4 Cuidados durante el uso:

- Sigue las instrucciones del fabricante para operar el equipo de manera segura y eficiente.
- Evita el contacto directo con sustancias químicas o materiales peligrosos que puedan dañar el equipo o representar un riesgo para tu salud.

9.6.5 Materiales y reactivos a utilizar:

- Estándares de mercurio de varias concentraciones, en unidades de $\mu\text{g}/\text{Kg}$ (ppb) o mg/Kg (ppm), según lo indique el fabricante del equipo
- Volumen fijo de 300 μL de estándares de varias concentraciones para la calibración de la celda cero
- Volumen fijo de 100 μL de estándares de varias concentraciones para la calibración de la celda uno y dos
- Muestras de sólidos y soluciones a analizar, preparadas de acuerdo con el procedimiento establecido en el instructivo. (16)

9.6.6 Herramientas para obtención de información

Las herramientas utilizadas para la obtención de información en la validación son las siguientes:

- Plantilla de cálculo de validación del método
- Datos crudos del equipo
- Formato de registro de pesos

9.6.7 Procedimiento y análisis de información

Para el procedimiento y análisis de información se utilizaron los elementos siguientes:

- hoja de cálculo de Excel
- programa utilizado para el procesamiento de muestras en la cuantificación de mercurio

Para el procesamiento y análisis de información se utilizaron los elementos siguientes según lo establece la Guía de Validación De Métodos Analíticos Fisicoquímicos. Versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación.

Tabla N° 9. Parámetros a presentados en el resume del informe de validación.

Parámetros	Variables	Criterios	Fórmulas
Límite de Detección	- Curva de calibración	$r^2 \geq 0,98$	$LD = \frac{3.3 * sb_0}{m}$
Límite de Cuantificación	- Pendiente		
	- Coeficiente de determinación r^2		
	- Desviación estándar de regresión		
	- $LD = (3,3 * S_{y/x}) / b_1$		
	- $LQ = (10 * S_{y/x}) / b$		$LC = \frac{10 * sb_0}{m}$

Tabla N° 9 (Continuación)

Parámetros	Variables	Criterios	Fórmulas
Linealidad	<ul style="list-style-type: none"> - Gráfica de concentración (x) vrs absorbancia (y) - Pendiente - Coeficiente de correlación R - Coeficiente de determinación (r^2) - Intervalo de confianza para la pendiente IC (β_1) - Media aritmética - Desviación estándar - Coeficiente de variación 	<ul style="list-style-type: none"> $\neq 0$ $r \geq 0,99$ $r^2 \geq 0,98$ IC (β_1) no debe incluir el cero RSD $\leq 21 \%$ 	$y = mx + b$
Precisión	<ul style="list-style-type: none"> - Gráfica de μg adicionados vrs μg recuperados - Coeficiente de correlación (r) - Coeficiente de determinación (r^2) - Pendiente - Intervalo de confianza de la pendiente IC (β_1) - Intercepto - Intervalo de confianza del intercepto IC (β_0) 	<ul style="list-style-type: none"> $r \geq 0,99$ $r^2 \geq 0,98$ $\neq 0$ IC (β_1) debe incluir la unidad IC (β_0) debe incluir el cero 	$CV = \frac{\sqrt{CMd + CMe}}{\bar{x}} \times 100$
Exactitud (Porcentaje de Recobro) y Precisión (Efecto matriz)	<ul style="list-style-type: none"> - Promedio aritmético - Desviación estándar - Coeficiente de variación - El intervalo de confianza de la media poblacional IC (μ) del porcentaje de recobro - Prueba de G de Cochran - Prueba de T Student 	<ul style="list-style-type: none"> RSD $\leq 21 \%$ IC (μ) debe incluir el 100 % o que el promedio aritmético del % de recobro se incluya en el intervalo 60% a 115% G exp < G tabla t exp < t tabla 	$b = \bar{x} - x_{ref}$ $b (\%) = \frac{\bar{x} - x_{ref}}{x_{ref}} \times 100$ $R (\%) = \frac{\bar{x}}{x_{ref}} \times 100$ $R' (\%) = \frac{\bar{x}' - \bar{x}}{x_{adicion}} \times 100$

Tabla N°9 (Continuación)

Parámetros	Variabes	Criterios	Fórmulas
Incertidumbre	Se debe de calcular: - Incertidumbre estándar de la recuperación - Incertidumbre estándar de la Repetibilidad - Incertidumbre estándar de la pureza o concentración del estándar analítico - Incertidumbre estándar del Volumen V	Factor de cobertura k=2 y un nivel de significancia del 95%.	$S_c = C \sqrt{\left(\frac{S_{cal}}{C_{cal}}\right)^2 + \left(\frac{S_{Rep}}{F_{Rep}}\right)^2 + \left(\frac{SP}{P}\right)^2 + \left(\frac{S_g}{g}\right)^2 + \left(\frac{S_{Rec}}{Re c}\right)^2}$

Fuente: Elaboración Propia.

9.6.8 Linealidad

Para evaluar la linealidad, se prepara una serie de estándares con concentraciones conocidas del analito. Estos estándares deben cubrir el rango de concentraciones de interés. Luego, se mide la respuesta del instrumento para cada estándar.

Se construye una curva de calibración trazando la concentración en el eje X y la respuesta del instrumento en el eje Y. La linealidad se evalúa visualmente, asegurándose de que la curva sea aproximadamente una línea recta. Los coeficientes de correlación (R^2) también se utilizan para cuantificar la linealidad.

La linealidad se evaluó con la determinación de Intervalo lineal e Intervalo de trabajo.

Esta se calculó o determinó de la siguiente manera:

- Intervalo de trabajo

Graficar la respuesta (eje y) en función de la concentración (eje x). Calcular las estadísticas de regresión apropiadas, calcular y graficar los residuales (diferencia entre el valor observado de "y" y el valor calculado de "y" pronosticado por la línea recta, para cada valor de "x"). La distribución aleatoria de residuales en torno a

cero confirma la linealidad. Las tendencias sistemáticas indican la no linealidad o un cambio de varianza con el nivel

- Intervalo lineal

Graficar la concentración medida (eje y) en función de la concentración de las muestras de ensayo (eje x).

Calcular las estadísticas de regresión apropiadas. Calcular y graficar los residuales (la diferencia entre el valor observado de "y" y el valor calculado de "y" pronosticado por la línea recta, para cada valor de "x"). La distribución aleatoria de residuales en torno a cero confirma la linealidad. Las tendencias sistemáticas indican la no lineal.

Criterios de aceptación Intervalo lineal

- Comportamiento lineal en la gráfica de concentración vs respuesta analítica.
- Datos aleatorios en el gráfico de residuales.
- El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero, cuando se incluyan concentraciones bajas en la curva.

Criterios de aceptación Intervalo de trabajo

$r \geq 0.98$ El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir la unidad

Nota: Si la referencia del método establece la forma de evaluación de este parámetro de desempeño y sus criterios de aceptación, el laboratorio deberá de cumplir lo indicado en dicha referencia.

9.6.9 Exactitud

La exactitud se evalúa comparando las concentraciones reales de las muestras con las concentraciones calculadas por el método. Se utilizan muestras de referencia con concentraciones conocidas o se pueden realizar recuperaciones conocidas.

La exactitud se expresa como un porcentaje de recuperación y se calcula como la división de la concentración calculada entre la concentración real y el resultado se multiplica por cien. Se compara el valor de recuperación con el valor teórico o

de referencia. Se acepta que el método es preciso si las recuperaciones se encuentran dentro de un rango aceptable, generalmente del 80% al 120%.

La evaluación práctica de la Exactitud (veracidad) se fundamenta en la comparación de la media de los resultados de un método con relación a valores conocidos, es decir, la veracidad se determina contra un valor de referencia. Se dispone de dos técnicas básicas: Verificación con respecto a los valores de referencia de un material caracterizado y comparación con otro método caracterizado. Para verificar la Exactitud (veracidad) utilizando un material de referencia, se determina la media y la desviación estándar de una serie de réplicas de una prueba y se compara contra el valor caracterizado del material de referencia.

Se calculó o determinó de la siguiente manera: Determinar el valor de Sesgo, error relativo porcentual o recuperación.

Para el cálculo del parámetro de Exactitud utilizando Material de Referencia, se deberá tomar en cuenta las siguientes fórmulas:

$$b = \bar{x} - x_{ref}$$

$$b (\%) = \frac{\bar{x} - x_{ref}}{x_{ref}} \times 100$$

$$R (\%) = \frac{\bar{x}}{x_{ref}} \times 100$$

En donde:

\bar{X} = Valor medio

X_{ref} = valor de referencia

b= Sesgo

b(%)= Error relativo porcentual

R(%)= Recuperación aparente.

Para el cálculo del parámetro de Exactitud utilizando matriz adicionada, se deberá tomar en cuenta las siguientes fórmulas

$$R'(\%) = \frac{\bar{x}' - \bar{x}}{x_{adicion}} \times 100$$

En donde:

R' (%) es la recuperación relativa de adiciones a las diferentes concentraciones.

Criterio de aceptación

- Se debe tomar en cuenta lo establecido en la referencia del método

9.6.10 Precisión.

La precisión se evalúa mediante la repetición de análisis de muestras homogéneas en condiciones similares por el mismo operador (repetibilidad) y bajo diferentes condiciones y por diferentes operadores (reproducibilidad). La precisión intermedia implica realizar análisis en diferentes momentos.

La precisión se cuantifica utilizando la desviación estándar o el coeficiente de variación (CV). Los resultados de los análisis repetidos deben estar dentro de los límites aceptables para cada tipo de precisión. Por ejemplo, para la repetibilidad y la reproducibilidad, se pueden utilizar estadísticas como la prueba t de Student

Estos parámetros de precisión son fundamentales para evaluar la confiabilidad y exactitud del método analítico. Una mayor precisión, demostrada mediante una menor variabilidad entre los resultados, garantiza la consistencia y calidad de las mediciones realizadas.

Se calculó o determinó de la siguiente manera:

- Repetibilidad

Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido.

Si la referencia tiene otro estadístico de dispersión, justificar su uso.

- Precisión intermedia

Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos.

Si la referencia tiene otro estadístico de dispersión, justificar su uso.

- Reproducibilidad

Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos de los laboratorios.

Criterio de aceptación

- Menor o igual al 20% según el Método EPA 7473

9.6.11 Límite de Detección y Límite de Cuantificación

El límite de detección (LD) y el límite de cuantificación (LC) se determinan utilizando los resultados de los blancos y estándares. El LD es la concentración más baja detectable, y el LC es la concentración más baja cuantificable.

El LD se calcula como la señal del blanco más un factor de desviación estándar específico (por ejemplo, 3 veces la desviación estándar del blanco). El LC se establece como un múltiplo del LOD (por ejemplo, 10 veces el LOD).

Para determinar el Límite de Detección y Límite de Cuantificación se utilizará:

$$LD = \frac{3.3 * sb_0}{m}$$

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

Se realizaron conforme a lo detallado a continuación para métodos cuantitativos:

Tabla N° 10. Elementos para calcular el Límite de Detección y Límite de Cuantificación. (7)

Calcular /determinar	Comentarios
Desviación estándar de la muestra s de: a) Valores de blanco de muestra ó b) Valores de los blancos de muestra fortificadas	Expresar límite de detección cómo la concentración del analito correspondiente a: a) El valor promedio de los blancos de muestra + 3s ó b) $0 + 3s$ Expresar límite de cuantificación cómo: Valor promedio de las lecturas de los blancos + 6s ó + 10s. Cualquier otro factor de cobertura utilizado deberá de ser justificado en base a referencia bibliográfica

9.6.12 Incertidumbre

La incertidumbre se evalúa teniendo en cuenta todas las fuentes de error, incluyendo errores aleatorios y sistemáticos. Puede implicar el uso de estadísticas y cálculos de propagación de errores.

La incertidumbre se expresa como un intervalo de confianza o como un valor numérico que refleja la variabilidad de las mediciones. Cuanto menor sea la incertidumbre, mayor será la confiabilidad de las mediciones.

Para el procedimiento y análisis de datos se utilizaron diferentes instrumentos los cuales son:

- Hoja de cálculo de Excel
- Programa utilizado para el procesamiento de muestras en la cuantificación de mercurio:

La incertidumbre se determinó conforme a lo detallado a continuación:

Tabla N° 11. Elementos para calcular la incertidumbre. (7)

Calcular /determinar	Comentarios
a) Especificar el mensurando b) Identificar las fuentes de incertidumbre c) Cuantificar los componentes de la incertidumbre (u) d) Calcular la incertidumbre estándar combinada (uc) e) Calcular la incertidumbre expandida (uexp)	Reportar la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$ y un nivel de significancia del 95%.

$$S_0 = C \sqrt{\left(\frac{Scal}{Ccal}\right)^2 + \left(\frac{SRep}{FRep}\right)^2 + \left(\frac{SP}{P}\right)^2 + \left(\frac{SV}{V}\right)^2 + \left(\frac{Sg}{g}\right)^2 + \left(\frac{SRec}{Rec}\right)^2}$$

9.7 Pruebas estadísticas

9.7.1 Linealidad

Intervalo lineal.

- Comportamiento lineal de la gráfica de concentración contra respuesta analítica.
- Datos aleatorios en el gráfico de residuales
- El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero. Evaluar con la prueba t-Student, Error = 0.05

Intervalo de trabajo.

- Coeficiente de determinación mayor o igual a 0.980
- Datos aleatorios en el gráfico de residuales
- El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir el valor uno. Evaluar con la prueba t-Student, Error = 0.01
- El límite superior estará dado por la concentración medible y evaluada en el estudio de linealidad,
- considerando la dilución y cantidad de muestra especificada y la máxima Concentración en la curva de
- calibración.
- El límite inferior será el Límite de Cuantificación del Método

9.7.2 Exactitud

- Rango requerido (OSA): (0.800; 1.200) tanto por uno.
- Considerando el criterio de que la variación esperada a niveles de ppm es del 25 % (Criterio de Horwitz).

9.7.3 Precisión

Repetibilidad

- Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido.
- Máximo Valor Permitido: 20.00 (Criterio OSA)

Precisión Intermedia

- Coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos
- Máximo Valor Permitido 20.00 (Criterio Horwitz) ⁽²¹⁾
- Si se calcula CV reproducibilidad (CVR) para el nivel más bajo de concentración en la muestra dado por la curva de calibración (2.658 ug/L) se tiene:

C= 2.658 ug/L

CV 14%

9.7.4 Incertidumbre

- Reportar la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$ y un nivel de significancia del 95%. ⁽⁷⁾

Utilizando Horwitz ⁽²¹⁾

Multiplicando el CVR calculado, por el factor de cobertura $k = 2$ tenemos: 28%

Este valor es una medida de la incertidumbre expandida relativa porcentual.

Máxima Incertidumbre expandida relativa porcentual aceptada: 30.00%.

9.7.5 Límite de detección y límite de cuantificación

- LCM Requerido: menor o igual que 3.0000 ug/L
- LDM Requerido: menor o igual que 1.0000 ug/L

X. CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

TIEMPO	ACTIVIDAD	AÑOS											
		2022						2023					
		Jul	Ago	Sep	Oct	Nov	Dic	Ene	Feb	Mar	Abr	May	Jun
I	ELABORACION DEL PLAN DE TRABAJO												
	REVISION Y APROBACION DEL PLAN DE TRABAJO												
	PRESENTACION DEL PLAN DE TRABAJO												
II	EJECUCION DE LAS PPS												
	REVISION DEL INFORME DE PPS												
	PRESENTACION DE INFORME DE PPS												
III	REDACCION DEL INFORME FINAL												
	REVISION Y APROBACION DEL PRODUCTO FINAL												
	PRESENTACION DEL INFORME												

CAPITULO II
INFORME DE PRÁCTICAS PROFESIONALES SUPERVISADAS

F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez

N° de Grupo 40-22

Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares

Mes: Agosto

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
08/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
09/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
10/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
11/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
12/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
15/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
16/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
17/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
18/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
19/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
22/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
23/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
24/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
25/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
26/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
29/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
30/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
31/08/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
Total de horas realizadas			144	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
 FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA
 PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez N° de Grupo 40-22
 Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares
 Mes: Julio

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
15/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
18/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
19/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
20/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
21/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
22/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
25/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
26/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
27/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
28/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
29/07/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
Total de horas realizadas			88	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez

N° de Grupo 40-22

Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares

Mes: Septiembre

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
01/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
02/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
05/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
06/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
07/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
08/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
09/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
12/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
13/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
14/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
16/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
19/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
20/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
21/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
22/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
23/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
26/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
27/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
28/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
29/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
30/09/2022	7:30	3:30	8	[Firma]
Total de horas realizadas			168	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez

N° de Grupo 40-22

Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares

Mes: Octubre

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
03/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
04/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
05/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
06/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
07/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
10/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
11/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
12/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
13/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
14/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
17/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
18/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
19/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
20/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
21/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
24/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
25/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
26/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
27/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
28/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
31/10/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
Total de horas realizadas			168	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez

N° de Grupo 40-22

Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares

Mes: Noviembre

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
01/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
03/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
04/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
07/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
08/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
09/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
10/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
11/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
14/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
15/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
16/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
17/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
18/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
21/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
22/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
23/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
24/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
25/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
28/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
29/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
30/11/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
Total de horas realizadas			168	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martínez
Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares
Mes: Diciembre

N° de Grupo 40-22

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
01/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
02/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
05/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
06/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
07/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
08/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
09/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
12/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
13/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
14/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
15/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
16/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
19/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
20/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
21/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
22/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
23/12/2022	7:30	3:30	8	<i>[Signature]</i>
Total de horas realizadas			136	



F-1 PPS



UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTA DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA



REGISTRO DE ASISTENCIA DEL EGRESADO

Nombre Egresado: Kevin Ernesto Custodio Martinez
Tutor Externo: Lic. Cindy Rebeca Martínez Linares
Mes: Enero

N° de Grupo 40-22

Fecha	Hora inicio	Hora de finalización	Tiempo Total	Firma Tutor Externo
03/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
04/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
05/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
06/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
09/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
10/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
11/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
12/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
13/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
16/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
17/01/2023	7:30	3:30	8	<i>C. Martínez</i>
Total de horas realizadas			88	





**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA
PRACTICA PROFESIONAL SUPERVISADA**

F-2 PPS

INFORME DE SUPERVISIÓN TUTOR INTERNO.

Nombre Egresado: _____ N° de Grupo _____

Tutor Interno: _____

AREA ASIGNADA	FECHA DE SUPERVISION	HORARIO DE SUPERVISION	OBSERVACIONES GENERALES

Limitantes detectadas durante las prácticas:

Recomendaciones:

Firma Tutor Interno

CAPITULO III
PRODUCTO FINAL

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

Redacción del protocolo de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos.

A continuación, se presenta el protocolo de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos, el cual comprende los materiales y reactivos que se utilizaron, procedimiento y la bibliografía utilizada para su redacción.

**PROTOCOLO DE VALIDACIÓN DE MÉTODO ANALÍTICO
DETERMINACIÓN DIRECTA DE MERCURIO EN AGUA DE CONSUMO
HUMANO Y SUELOS POR DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA,
AMALGAMACIÓN Y ESPECTROMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA**

1. Objetivo

Establecer los parámetros de calidad necesarios para la validación del Método Analítico: Determinación de Mercurio en agua de consumo humano y suelos por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica, para proporcionar evidencias de que el personal del laboratorio es capaz de efectuar el ensayo, lo utiliza correctamente y puede ser utilizado para los propósitos previstos. La validación será efectuada en las fechas comprendidas diciembre del 2022 a febrero del 2023.

2. Alcance

La validación del método analítico para la determinación de Mercurio por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica es aplicable para agua de consumo humano y suelos.

3. Responsables

La validación es responsabilidad de los analistas de la plataforma de Toxicología. La verificación de las actividades de validación es responsabilidad del Coordinador de Plataforma de Aseguramiento de la Validez de los Resultados.

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

4. Parámetros a Estudiar

- Intervalo Lineal
- Intervalo de Trabajo
- Recuperación, Exactitud
- Repetibilidad como CV
- Precisión Intermedia como CV
- Incertidumbre del Resultado a Reportar
- Límite de Cuantificación del Método (LCM)
- Límite de Detección del Método (LDM)
- Rango de trabajo en muestras

Ver Procedimiento General para Validación de Métodos de Análisis Físicoquímico

Tabla N°12. Parámetros a presentados en el resume del informe de validación.

Parámetros de desempeño	Variables	Criterios	Fórmulas
Límite de Detección	- Curva de calibración	$r^2 \geq 0,98$	$LD = \frac{3.3 * sb_0}{m}$
Límite de Cuantificación	- Pendiente - Coeficiente de determinación r^2 - Desviación estándar de regresión - $LD = (3,3 * S_{y/x}) / b_1$ - $LQ = (10 * S_{y/x}) / b$		

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

Tabla N°12 (Continuación)

Parámetros de desempeño	Variables	Criterios	Fórmulas
Linealidad	<ul style="list-style-type: none"> - Gráfica de concentración (x) vrs absorbancia (y) - Pendiente - Coeficiente de correlación R - Coeficiente de determinación (r^2) - Intervalo de confianza para la pendiente IC (β_1) - Media aritmética - Desviación estándar - Coeficiente de variación 	<ul style="list-style-type: none"> $\neq 0$ $r \geq 0,99$ $r^2 \geq 0,98$ IC (β_1) no debe incluir el cero RSD $\leq 21 \%$ 	$y = mx + b$
Precisión	<ul style="list-style-type: none"> - Gráfica de μg adicionados vrs μg recuperados - Coeficiente de correlación (r) - Coeficiente de determinación (r^2) - Pendiente - Intervalo de confianza de la pendiente IC (β_1) - Intercepto - Intervalo de confianza del intercepto IC (β_0) 	<ul style="list-style-type: none"> $r \geq 0,99$ $r^2 \geq 0,98$ $\neq 0$ IC (β_1) debe incluir la unidad IC (β_0) debe incluir el cero 	$CV = \frac{\sqrt{CMd + CMe}}{\bar{X}} 100$

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

Tabla N°12 (Continuación)

Parámetros de desempeño	Variables	Criterios	Fórmulas
Exactitud (Porcentaje de Recobro) y Precisión (Efecto matriz)	<ul style="list-style-type: none"> - Promedio aritmético - Desviación estándar - Coeficiente de variación - El intervalo de confianza de la media poblacional IC (μ) del porcentaje de recobro - Prueba de G de Cochran - Prueba de T Student 	<p>RSD \leq 21 %</p> <p>IC (μ) debe incluir el 100 % o que el promedio aritmético del % de recobro se incluya en el intervalo 60% a 115%</p> <p>G exp < G tabla</p> <p>t exp < t tabla</p>	$b = \bar{x} - x_{ref}$ $b (\%) = \frac{\bar{x} - x_{ref}}{x_{ref}} \times 100$ $R (\%) = \frac{\bar{x}}{x_{ref}} \times 100$ $R' (\%) = \frac{\bar{x}' - \bar{x}}{x_{adicion}} \times 100$
Incertidumbre	<p>Se debe de calcular:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Incertidumbre estándar de la recuperación - Incertidumbre estándar de la Repetibilidad - Incertidumbre estándar de la pureza o concentración del estándar analítico - Incertidumbre estándar del Volumen V 	<p>Factor de cobertura k=2 y un nivel de significancia del 95%.</p>	$S_c = C \sqrt{\left(\frac{Scal}{Ccal}\right)^2 + \left(\frac{SRep}{FRep}\right)^2 + \left(\frac{SP}{P}\right)^2 + \left(\frac{Sg}{g}\right)^2 + \left(\frac{SRec}{Rec}\right)^2}$

Fuente: Elaboración propia

Resumen de Parámetros a Evaluar

- Límite de detección y cuantificación
- Repetibilidad
- Precisión intermedia

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

- Exactitud
- Linealidad del método y Rango
- Linealidad del sistema

5. Muestras

Muestra de Agua de consumo humano y suelos.

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

Equipos/instrumentos

- Analizador Directo de Mercurio (Código interno del laboratorio A007)
- Compresor de aire (Código interno del laboratorio C001)
- Micropipeta (50-1000) μL (Código interno del laboratorio M126)
- Balanza Analítica (Código interno del laboratorio B366)
- Cabina de Bioseguridad (Código interno del laboratorio C500)

Reactivos y materiales de referencia

- Solución estándar de mercurio (Código interno del laboratorio M383)
- Ácido Clorhídrico (Código interno del laboratorio A111)
- Agua ultrapura Milli-Q® tipo I (Código interno del laboratorio A032)

Medidas de seguridad para el uso de reactivos

Consultar hojas de seguridad de los reactivos ubicadas en el laboratorio.

7. Referencias del método analítico a validar

- Método 7473 mercurio en sólidos y soluciones mediante descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.
- Instrucción Técnica de Operación y Calibración de Equipos
- Instrucción Técnica de Preparación de muestra

El propósito de este método de análisis es cuantificar el mercurio presente en la muestra de agua de consumo humano y suelos por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica. Usa calentamiento controlado en un horno de descomposición oxigenado para liberar el mercurio de las muestras sólidas y acuosas en el instrumento. La muestra se seca y luego se descompone térmica y químicamente dentro del horno de descomposición.

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

Los productos de descomposición son transportados por el flujo de oxígeno a la sección catalítica del horno. La oxidación se completa y los halógenos y los óxidos de nitrógeno/azufre quedan atrapados. Los productos de descomposición restantes luego se llevan a un amalgamador que atrapa selectivamente el mercurio. Después de lavar el sistema con oxígeno para eliminar los gases restantes o los productos de descomposición, el amalgamador se calienta rápidamente y libera vapor de mercurio. El oxígeno que fluye transporta el vapor de mercurio a través de celdas de absorción ubicadas en la trayectoria de la luz de un espectrofotómetro de absorción atómica de una sola longitud de onda.

8. Procedimiento para la determinación de los Parámetros a Evaluar

8.1. Intervalo Lineal

Muestras/Repeticiones	Participará un analista. Preparar cuatro curvas de calibración, cada una con seis puntos, los cuales incluyen el valor cero. Medir, de acuerdo con el método documentado, un blanco más material de referencia o blancos de muestra adicionados esparcidos uniformemente en el rango de interés. Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.
Calcular/Determinar	Graficar la concentración medida (eje y) en función de la concentración de las muestras de ensayo (eje x). Calcular las estadísticas de regresión apropiadas. Calcular y graficar los residuales (la diferencia entre el valor observado de "y" y el valor calculado de "y" pronosticado por la línea recta, para cada valor de "x"). La distribución aleatoria de residuales en torno a cero confirma la linealidad. Las tendencias sistemáticas indican la no linealidad.

Criterios de aceptación.

Comportamiento lineal en la gráfica de concentración vs respuesta analítica. - Datos aleatorios en el gráfico de residuales. - El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero, cuando se incluyan concentraciones bajas en la curva.

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

8.2. Intervalo de Trabajo

Muestras/Repeticiones	Participará un analista. Fortificación de Matriz a cinco niveles de concentración. Medir un blanco más Estándar de referencia esparcidos uniformemente en el rango de interés. Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.
Calcular/Determinar	Graficar la respuesta (eje y) en función de la concentración (eje x). Calcular las estadísticas de regresión apropiadas, calcular y graficar los residuales (diferencia entre el valor observado de "y" y el valor calculado de "y" pronosticado por la línea recta, para cada valor de "x"). La distribución aleatoria de residuales en torno a cero confirma la linealidad. Las tendencias sistemáticas indican la no linealidad o un cambio de varianza con el nivel.

Criterios de aceptación Intervalo de trabajo,
 $r \geq 0.98$, El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir la unidad.

8.3. Recuperación, Exactitud

Muestras/Repeticiones	<p>Participará un analista. Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración. Se puede utilizar como muestra lo siguiente:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Material de referencia certificado. • Blanco adicionado. • Material de referencia. • Matriz adicionada. • Comparación con método oficial. <p>Se trabajarán 3 niveles como mínimo:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Bajo - Medio - Alto <p>Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado. En los niveles seleccionados se debe incluir el rango de trabajo del método. (Ver intervalo de trabajo).</p>
Calcular/Determinar	Determinar el valor de Sesgo, error relativo porcentual o recuperación.

Criterios de aceptación Recuperación,
80-110%.

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

8.4. Precisión

Muestras	Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración. Todos los niveles por sextuplicado. Se puede utilizar como muestra lo siguiente: <ul style="list-style-type: none"> •Material de referencia certificado •Blanco adicionado •Material de referencia •Matriz adicionada •Muestra natural con contenido de analito dentro del rango a validar.
Repeticiones	Participará un analista. El análisis se llevará a cabo bajo condiciones de Precisión Repetibilidad.
	Participarán dos analistas. El análisis se llevará a cabo bajo condiciones de Precisión Intermedia.
Calcular/Determinar	(REPETIBILIDAD) Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido.
	(PRECISIÓN INTERMEDIA) Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos.

Criterios de aceptación Recuperación,
CV menor a 20%.

8.5. Incertidumbre del Resultado a Reportar

La estimación de la incertidumbre de los resultados de análisis se realizará siguiendo las recomendaciones dadas en Referencia 11.1 aplicando los siguientes criterios:

MENSURANDO

$$C = \frac{(C_{cal})(P)(V)(F_{rep})}{(g)(Re\ c)}$$

$$C_{cal} = \frac{(Abs - b)}{m}$$

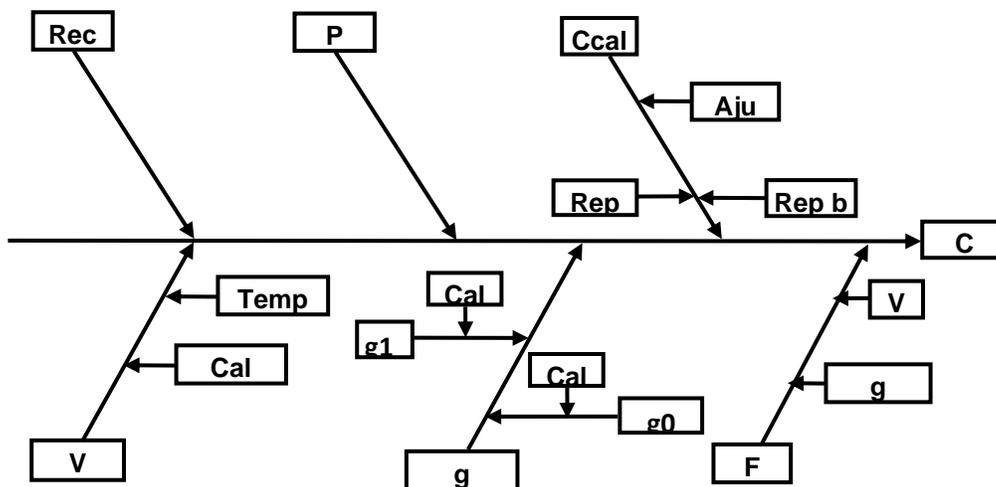
Código del procedimiento: A0911

Fecha de emisión:

Cambio No: x

Versión No: x

FUENTES DE INCERTIDUMBRE



C	Concentración del analito en muestra dada en unidades de mg/kg
Ccal	Concentración del analito dada por la curva de calibración
P	Pureza del estándar analítico en tanto por uno
V	Volumen final de la solución de muestra
Frep	Factor de Repetibilidad de todo el proceso analítico
g	gramos de muestra analizada
Rec	Recuperación del analito expresada en tanto por uno
b	Intercepto de la curva de calibración
m	Pendiente de la curva de calibración
Abs	Absorbancia
Rep m	Repetibilidad de la pendiente
Rep b	Repetibilidad del intercepto b
Cal	Calibración
Temp	Temperatura
Aju	Ajuste de la Curva de Calibración
g muest	Cantidad de muestra analizada en gramos
g0	Lectura en la balanza al medir el peso del contenedor de la muestra
g1	Lectura en la balanza al medir la cantidad de muestra con el contenedor

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

La ecuación general para estimar la incertidumbre del resultado a reportar S_c , es:

$$S_c = C \sqrt{\left(\frac{S_{cal}}{C_{cal}}\right)^2 + \left(\frac{S_{Rep}}{F_{Rep}}\right)^2 + \left(\frac{SP}{P}\right)^2 + \left(\frac{SV}{V}\right)^2 + \left(\frac{S_g}{g}\right)^2 + \left(\frac{S_{Rec}}{Re_c}\right)^2}$$

CUANTIFICACION DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE

Incertidumbre estándar de la recuperación = Desviación estándar de la media de las recuperaciones

Incertidumbre estándar de la Repetibilidad = Desviación estándar relativa de las concentraciones encontradas en las muestras fortificadas.

Incertidumbre estándar de la pureza o concentración del estándar analítico: Viene especificada en el respectivo certificado

Incertidumbre estándar del Volumen V: Se tomarán en cuenta la incertidumbre por uso del instrumento a una temperatura diferente al de la calibración, y la incertidumbre por calibración reportada por el fabricante, la cual se considera con distribución triangular.

La incertidumbre estándar en el Volumen V, por uso del instrumento a una temperatura diferente al de la calibración está dada por la siguiente ecuación:

$S_{temp} = (V) \text{ Abs}(T2 - T1) (\text{cd Solvente}) / \text{Raiz}(3)$. Se considera una distribución rectangular.

La incertidumbre estándar en la cantidad de muestra pesada, se estimará utilizando la incertidumbre por calibración de la balanza, reportada en el informe de calibración.

Incertidumbre por Curva de Calibración: Se elaborarán cuatro curvas de calibración con seis puntos, los cuales incluyen el valor cero.

Se utilizarán las siguientes ecuaciones:

$$S_{Xp Aju} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{n-2} \left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(X_p - \bar{X}_i)^2}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}\right)}$$

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

$$S_{Xp\ Rep\ m, b} = \frac{y - b}{m} \sqrt{\left(\frac{S_b}{Y - b}\right)^2 + \left(\frac{S_m}{m}\right)^2}$$

$$S_{Xp\ cal} = \sqrt{S^2_{Xp\ Rep\ m, b} + S^2_{Xp\ Aju}}$$

$S_{Xp\ cal}$: Incertidumbre estándar de la calibración.

$S_{Xp\ Aju}$: Incertidumbre estándar de la calibración debido al ajuste imperfecto

$S_{Xp\ Rep\ m, b}$: Incertidumbre de la curva de calibración debido a la Repetibilidad de la curva de calibración, dada en función de la precisión de la pendiente y del intercepto.

La estimación de la incertidumbre para el resultado a reportar en análisis de muestras será efectuada utilizando el resumen del informe de Validación (hoja electrónica). Utilice el siguiente procedimiento general:

- ✓ Digite el valor de concentración leído en el equipo
- ✓ Reportar el valor de incertidumbre mostrado en la hoja electrónica

Criterios de aceptación Recuperación,

El máximo valor de incertidumbre aceptado será 30%.

8.6. Límite de Cuantificación del Método (LCM)

El límite de cuantificación se calculará a partir de los datos experimentales del primer nivel de concentración utilizado para precisión. Para obtener el límite se multiplicará por 10 la desviación estándar de los datos experimentales de los blancos.

8.7. Límite de Detección del Método (LDM)

El límite de detección se calculará a partir de los datos experimentales del primer nivel de concentración utilizado para precisión. Para obtener el límite se multiplicará por 3 la desviación estándar de los datos experimentales de los blancos.

Código del procedimiento: A0911	Fecha de emisión:	Cambio No: x
		Versión No: x

9. Frecuencia de la Verificación o Validación

Cada vez que se haga una ampliación o modificación significativa del método.

10. Registros.

resumen del Informe de Validación 001 del Método Analítico Determinación Directa de Mercurio en Agua de consumo humano y suelos por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica.

11. Referencias

- 11.1. Eurachem, Quantifying uncertainty in analytical measurement.
- 11.2. OSA. Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos.
- 11.3. Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología. Procedimiento de Validación de Métodos analíticos.

12. Responsables de la validación:

Lic.
Analista responsable del
método

Lic.
Analista sustituto

Aprobado por:

Lic.
Coordinadora de Plataforma
de Calidad

Lic.
Jefa de Laboratorio

Verificar los parámetros de desempeño

En el proceso de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio en agua y suelos, se verificaron varios parámetros de desempeño para evaluar la idoneidad y confiabilidad del método. Los cuales son linealidad, precisión, precisión exactitud, límite de detección, límite de cuantificación e incertidumbre que, según los resultados obtenidos, se cumplen los requisitos de calidad requeridos, por lo que el método puede ser utilizado para los propósitos establecidos.

Elaboración de resumen del informe de validación.

Se elaborará un resumen del informe de validación del método EPA 7473 para el análisis de mercurio en agua y suelo, mencionando los parámetros y criterios empleados durante el proceso.

1. Linealidad

Intervalo lineal.

- Comportamiento lineal de la gráfica de concentración contra respuesta analítica.
- Datos aleatorios en el gráfico de residuales
- El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero. Evaluar con la prueba t-Student, Error = 0.05

Intervalo de trabajo.

- Coeficiente de determinación mayor o igual a 0.980
- Datos aleatorios en el gráfico de residuales
- El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir el valor uno. Evaluar con la prueba t-Student, Error = 0.01
- El límite superior estará dado por la concentración medible y evaluada en el estudio de linealidad,
- considerando la dilución y cantidad de muestra especificada y la máxima Concentración en la curva de
- calibración.
- El límite inferior será el Límite de Cuantificación del Método

2. Exactitud

- Rango requerido (OSA): (0.800; 1.200) tanto por uno.
- Considerando el criterio de que la variación esperada a niveles de ppm es del 25 % (Criterio de Horwitz).

3. Precisión

Repetibilidad

- Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido.
- Máximo Valor Permitido: 20.00 (Criterio OSA)

Precisión Intermedia

- Coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos
- Máximo Valor Permitido 20.00 (Criterio Horwitz)
- Si calculamos CV reproducibilidad (CVR) para el nivel más bajo de concentración en la muestra dado por la curva de calibración (2.658 ug/L) tenemos:

C= 2.658 ug/L

CV 14%

4. Incertidumbre

- Reportar la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$ y un nivel de significancia del 95%. ⁽²⁴⁾

Utilizando Horwitz

Multiplicando el CVR calculado, por el factor de cobertura $k = 2$ tenemos: 28%

Este valor es una medida de la incertidumbre expandida relativa porcentual.

Máxima Incertidumbre expandida relativa porcentual aceptada: 30.00%.

5. Límite de detección y límite de cuantificación

- LCM Requerido: menor o igual que 3.0000 ug/L
- LDM Requerido: menor o igual que 1.0000 ug

Tabla N° 13 Tabla resumen de validación de Método Analítico Determinación Directa de Mercurio en Agua de consumo humano por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO		OBSERVACION	
Linealidad					
Intervalo Lineal					
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.		Cumple	
Intervalo del intercepto	Debe contener el valor cero	Contiene el valor cero		Cumple	
Intervalo de Trabajo					
Coeficiente de determinación	≥ 0.98	0.9968		Cumple	
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.		Cumple	
Intervalo de la pendiente	Debe contener el valor uno	Contiene el valor uno		Cumple	
Límite inferior del Intervalo	LCM	1.0435	ug/L		
Límite Superior del Intervalo	Concentración a Máxima Abs	69.1501	ug/L		
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)					
	Nivel 1 Analista 1	0.8 a 1.2	0.9	0.9	Cumple
	Nivel 1 Analista 2	0.8 a 1.2	0.9	1.0	Cumple
	Nivel 2 Analista 1	0.8 a 1.2	0.8	0.9	Cumple
	Nivel 2 Analista 2	0.8 a 1.2	0.9	1.0	Cumple
	Nivel 3 Analista 1	0.8 a 1.2	1.0	1.1	Cumple
	Nivel 3 Analista 2	0.8 a 1.2	1.0	1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV					
	Nivel 1	$\leq 20\%$	4.08		Cumple
	Nivel 2	$\leq 20\%$	18.39		Cumple
	Nivel 3	$\leq 20\%$	15.47		Cumple
Repetibilidad como CV					
Analista 1	Nivel 1	$\leq 20\%$	2.16		Cumple
	Nivel 2	$\leq 20\%$	2.32		Cumple
	Nivel 3	$\leq 20\%$	0.87		Cumple
Analista 2	Nivel 1	$\leq 20\%$	0.77		Cumple
	Nivel 2	$\leq 20\%$	1.29		Cumple
	Nivel 3	$\leq 20\%$	3.20		Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	$\leq 30\%$	Todos los valores \geq LCM tienen Incert. $\leq 30\%$		Cumple	
Lím. de Detección del Método (LDM)	≤ 1 ug/L	0.3130	ug/L	Cumple	
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	≤ 3 ug/L	1.0435	ug/L	Cumple	

Fuente: Elaboración propia

Nota: Límites de determinación según lo establecido en el protocolo de validación A0911.

OBSERVACIÓN

Se cumplen los requisitos de calidad requeridos, por lo que el método puede ser utilizado para los propósitos establecidos

Registros Revisados por
Lic. Coordinadora Gestión de Calidad

Fecha

Revisado y aprobado por
Lic.
Jefa del Laboratorio

Fecha

Tabla N° 13 Tabla resumen de validación de Método Analítico Determinación Directa de Mercurio en suelos por Descomposición Térmica, Amalgamación y Espectrometría de Absorción Atómica

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Linealidad			
Intervalo Lineal			
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Intervalo del intercepto	Debe contener el valor cero	Contiene el valor cero	Cumple
Intervalo de Trabajo			
Coefficiente de determinación Residuales	≥ 0.98	0.9926	Cumple
Intervalo de la pendiente	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Límite inferior del Intervalo	Debe contener el valor uno	Contiene el valor uno	Cumple
Límite Superior del Intervalo	LCM	4.2094 mg/L	
	Concentración a Máxima Abs	364.5323 mg/L	
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.8 a 1.2	0.8 0.9	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.8 a 1.2	0.8 0.9	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.8 a 1.2	0.8 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.8 a 1.2	1.0 1.1	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.8 a 1.2	0.9 1.2	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.8 a 1.2	0.8 1.1	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	$\leq 20\%$	5.09	Cumple
Nivel 2	$\leq 20\%$	15.59	Cumple
Nivel 3	$\leq 20\%$	16.53	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	$\leq 20\%$	2.07	Cumple
Nivel 2	$\leq 20\%$	4.10	Cumple
Nivel 3	$\leq 20\%$	4.65	Cumple
Analista 2 Nivel 1	$\leq 20\%$	1.99	Cumple
Nivel 2	$\leq 20\%$	2.87	Cumple
Nivel 3	$\leq 20\%$	4.74	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	$\leq 30\%$	Todos los valores \geq LCM tienen Incert. $\leq 30\%$	Cumple
Lím. de Detección del Método (LDM)	≤ 3.333 mg/L	1.2628 mg/L	Cumple
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	≤ 10 mg/L	4.2094 mg/L	Cumple

Fuente: Elaboración propia

Nota: Límites de determinación según lo establecido en el protocolo de validación A0911.

OBSERVACIÓN

Se cumplen los requisitos de calidad requeridos, por lo que el método puede ser utilizado para los propósitos establecidos

Registros Revisados por
Lic. Coordinadora Gestión de Calidad

Fecha

Revisado y aprobado por
Lic. Jefa del Laboratorio

Fecha

CAPITULO IV
CONCLUSIONES

CONCLUSIONES

1. El Programa de Prácticas Profesionales Supervisadas facilita la adquisición de conocimientos y el fortalecimiento de habilidades esenciales para el desarrollo profesional. Se obtiene experiencia en el manejo de equipos de laboratorio y se adquirieron conocimientos sobre las Buenas Prácticas de Laboratorio, lo cual resulta fundamental en el entorno laboral, contribuyendo a garantizar la precisión, la calidad y la seguridad en el trabajo.
2. Además, el proceso de validación del método EPA 7473 para la determinación de mercurio mediante el analizador directo, se llevó a cabo siguiendo los parámetros establecidos en la guía de validación de la Organización Salvadoreña de Acreditación (OSA), específicamente en el Sistema de Gestión de Calidad G 9.6 Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos Versión 2. Los resultados obtenidos demostraron que el método cumple con dichos parámetros de validación.
3. Como resultado, el método EPA 7473 ha sido validado exitosamente para cuantificar el mercurio en muestras de agua y suelo, de acuerdo con los estándares de calidad establecidos en el Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 y la Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, respectivamente. Esto implica que el método es confiable y adecuado para su uso en aplicaciones relacionadas con la determinación de mercurio en estas matrices.
4. El Programa de Prácticas Profesionales Supervisadas permite la adquisición de conocimientos prácticos y habilidades técnicas, así como la puesta en práctica exitosa del proceso de validación del método EPA 7473. Estas experiencias resultan invaluable para el desarrollo profesional y proporcionan una base sólida para enfrentar futuros desafíos en el campo de la investigación y el análisis químico.

CAPITULO V
RECOMENDACIONES

RECOMENDACIONES

1. Al Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología se le recomienda realizar estudios adicionales que enfoquen el análisis de mercurio en diferentes matrices, como alimentos o muestras biológicas (por ejemplo, orina o sangre). Dado que el equipo utilizado en la validación es adaptable a diferentes matrices, estos estudios permitirán obtener una visión más completa de la presencia de mercurio en diferentes fuentes y evaluar posibles riesgos para la salud y el medio ambiente.
2. A la Dirección del Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología, se le recomienda gestionar la implementación de análisis rutinarios por parte del MINSAL del contenido de mercurio total en orina y sangre para el personal que trabaja con equipos analíticos utilizados en la determinación y análisis de mercurio. Esto permitirá monitorear los niveles de exposición al mercurio del personal y tomar medidas preventivas en caso de exposiciones elevadas, protegiendo así su salud y bienestar.
3. Al Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología, se le recomienda desarrollar un protocolo para la correcta eliminación y gestión de los desechos generados como resultado del análisis de mercurio. Dado que el mercurio es altamente tóxico para el medio ambiente y la salud humana, es necesario garantizar que los desechos se manejen adecuadamente y se sigan las regulaciones y mejores prácticas para su eliminación segura. Esto incluye el uso de recipientes adecuados, la identificación y etiquetado adecuados de los desechos y la coordinación con las autoridades ambientales locales para su disposición final.
4. A las autoridades de la Facultad de Química y Farmacia, se recomienda gestionar diversos programas de Prácticas Profesionales Supervisadas en otras instituciones, con el objetivo de diversificar la práctica en otras ramas profesionales de la Química y Farmacia con lo cual se logrará la adquisición de experiencia en una variedad de campos y expandir los conocimientos y habilidades en áreas específicas de interés.

BIBLIOGRAFIA

1. Larín, C. C. J. Validación De Método Para La Determinación De Mercurio En Ríos De La Zona Metropolitana De San Salvador Por Espectrometría Ultravioleta Visible. Universidad De El Salvador. (2004).
2. Carrasquero Durán, A., & Adams, M. Comparación de métodos para el análisis de mercurio en suelos procedentes de el callao, estado bolívar, venezuela. *Interciencia*, (2002). 27(4), 191–194.
3. Araujo Chévez, C. I. (2010). Cuantificación de plomo, mercurio y cadmio en agua de consumo humano de cinco comunidades de El Salvador por espectrofotometría de absorción atómica. UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.
4. Funes, C. R., Guadrón, López, D., Miranda, B. H., Jandres, M., Cartagena, R., Marinero, E., & Benítez, E. (2018). Determinación de Mercurio, Cadmio, Plomo y Arsénico en ríos de la zona minera de la subcuenca del río Titihuapa, Cabañas, El Salvador, C.A. *Revista Científica Multidisciplinaria De La Universidad De El Salvador*.
5. Determinación de Mercurio en suelos del sector minero Las Claritas, Estado Bolívar, mediante procesos analíticos de especiación y microscopía electrónica de barrido (MEP). (2008). *Revista multidisciplinaria del consejo de investigación de la Universidad de Oriente*.
6. Mercader, Flora, Raúl Herrera, and Juanito Carrasco. (2008). Validación del Método de Medición de Hg en Agua por Espectrometría de Absorción Atómica con Sistema de Generación de Vapor Frío Utilizando Amalgamación en Trampa de Oro como Medio de Preconcentración. *Simposio de Metrología*.
7. Organismo Salvadoreña De Acreditación (Osa). Sistema De Gestión De Calidad G 9.6 Validación De Métodos Analíticos Físicoquímicos Versión 2. (2017).
8. Auge, M. (2007). *Agua fuente de vida*. Buenos Aires: Universidad de Buenos Aires, 31.

9. FAO. (s/f). Portal de Suelos de la FAO. Organización para las Naciones Unidas para la alimentación y la agricultura.
10. Serna, G. L. M. Proyecto UNICA "Universidad en el Campo". Espacio Gráfico Comunicaciones S.A. (2011).
11. Orellana, J. La Estructura en Suelos de Tierra Fina. FAVE Sección Ciencias Agrarias, 8(2), (2009) 61-109
12. Historia natural y cultural del mercurio / Miguel A. Blesa y Gerardo Castro. - 1a ed. - Buenos Aires: Asociación Argentina para el Progreso de las Ciencias, 2015
13. Organización Mundial de la Salud (OMS). El mercurio y la salud. (2017).
14. Stankiewicz M. El Convenio de Minamata sobre el Mercurio, tres años de protección de la salud humana y el medio ambiente. CHEMICALS & POLLUTION ACTION. 2020;
15. de los Estados Unidos, A. de P. A. (s/f). MÉTODO 7473 MERCURIO EN SÓLIDOS Y SOLUCIONES MEDIANTE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA, AMALGAMACIÓN Y ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.
16. M-S-LC-I045. Instructivo de ensayo: Determinación directa de mercurio total en sólidos y soluciones por descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica. EPA 7473. Versión 2. 21/10/2020. Páginas 18 de 21.
17. Estrada Mab, Domínguez Jdb, Landaverde Bm. Propuesta De Gestión Para Los Desechos De Mercurio Generados En El Salvador. 2016.
18. Organismo Salvadoreño de Reglamentación Técnica Reglamento Técnico Salvadoreño Agua. Agua de Consumo Humano. Requisitos De Calidad e Inocuidad. 2018.
19. Secretaria De Medio Ambiente Y Recursos Naturales. Norma Oficial Mexicana Nom-147-Semarnat/Ssa1-2004. 2007.
20. De economía, S. (s/f). MUESTREO DE SUELOS PARA LA IDENTIFICACIÓN Y LA CUANTIFICACIÓN DE METALES Y METALOIDES, Y MANEJO DE LA MUESTRA.

21. Rivera Orozco CA, Rodríguez Báez MR. Uso de la ecuación de Horwitz en laboratorios de ensayos NMX-EC-17025-IMNC-2006. En: Simposio de Metrología 2010; 27-29 de octubre de 2010; Chihuahua, México
22. Eurachem, Quantifying uncertainty in analytical measurement.
23. Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos, OSA.
24. Procedimiento de Validación de Métodos analíticos, Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos y Toxicología

ANEXOS

ANEXO N°1

Método 7473 mercurio en sólidos y soluciones mediante descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica.

MÉTODO 7473

MERCURIO EN SÓLIDOS Y SOLUCIONES MEDIANTE DESCOMPOSICIÓN TÉRMICA, AMALGAMACIÓN Y ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

SW-846 no pretende ser un manual de capacitación analítico. Por lo tanto, los procedimientos del método se describen con base en el supuesto de que serán realizados por analistas que estén formalmente capacitados en al menos los principios básicos del análisis químico y en el uso de la tecnología en cuestión.

Además, los métodos SW-846, con la excepción del uso del método requerido para el análisis de los parámetros definidos por el método, están destinados a ser métodos de orientación que contienen información general sobre cómo realizar un procedimiento analítico o una técnica que un laboratorio puede usar como punto de partida básico para generar su propio procedimiento operativo estándar (SOP) detallado, ya sea para su propio uso general o para la aplicación de un proyecto específico. Los datos de rendimiento incluidos en este método son solo para fines de orientación y no pretenden ser ni deben ser utilizados como criterios de aceptación de control de calidad absolutos para fines de acreditación de laboratorios.

1.0 ALCANCE Y APLICACIÓN

1.1 Este método es para la determinación del siguiente analito RCRA en sólidos, muestras acuosas y soluciones digeridas tanto en el laboratorio como en el campo:

analito	No CAS.ª
Mercurio total (orgánico e inorgánico)	7439-97-6

ªNúmero de Registro del Servicio de Resumen Químico

La integración de la preparación de muestras por descomposición térmica y la detección de absorción atómica reduce el tiempo total de análisis de la mayoría de las muestras a menos de 5 minutos, ya sea en el laboratorio o en el campo. El mercurio total (orgánico e inorgánico) en suelos, sedimentos, depósitos de fondo y materiales de tipo lodo, así como en desechos acuosos y aguas subterráneas, puede determinarse sin pretratamiento químico de la muestra usando este método, excepto cuando se indique lo contrario. Alternativamente, este método se puede usar para la detección de mercurio total a partir de métodos de preparación de muestras de descomposición total, como el Método 3052, o para la detección de compuestos o especies de mercurio extraídos o lixiviados a partir de métodos como los métodos de la serie 3000 (como se detalla en el Capítulo Tres).

NOTA: Para circunstancias únicas en las que el mercurio podría unirse a silicatos u otras matrices que no se descompongan térmicamente, la validación del análisis directo del sólido debe confirmarse con la descomposición total con un método apropiado (como el Método 3052), seguido de un análisis con este método.

1.2 Antes de emplear este método, se recomienda a los analistas que consulten las instrucciones del fabricante. instrucciones para obtener información adicional sobre procedimientos de control de calidad, desarrollo de criterios de aceptación de control de calidad, cálculos y orientación general. Los analistas también deben consultar la declaración de exención de responsabilidad al principio del manual y la información del Capítulo Dos para obtener orientación sobre la flexibilidad prevista en la elección de métodos, aparatos, materiales, reactivos y suministros, y sobre las responsabilidades del analista para demostrar que las técnicas

7.0 REACTIVOS Y ESTÁNDARES

7.1 Se deben utilizar productos químicos de grado reactivo en todas las pruebas. A menos que se indique lo contrario, se se pretende que todos los reactivos cumplan con las especificaciones del Comité de Reactivos Analíticos de la Sociedad Química Estadounidense, donde tales especificaciones estén disponibles. Se pueden usar otros grados, siempre que primero se compruebe que el reactivo tiene una pureza suficientemente alta para permitir su uso sin disminuir la precisión de la determinación.

7.2 Agua reactiva -- El agua reactiva debe estar libre de interferencias. Todas las referencias a agua en este método se refiere al agua de reactivo a menos que se especifique lo contrario.

7.3 Oxígeno gaseoso de alta pureza: el oxígeno de alta pureza debe ser interferencia y mercurio. libre. Si es posible que el oxígeno esté contaminado con vapor de mercurio, se debe insertar un filtro de malla dorada entre el cilindro de gas y el instrumento de análisis de mercurio para evitar que entre mercurio en el instrumento.

7.4 Solución madre de mercurio -- Disolver 0,1354 g de cloruro de mercurio en 75 ml de agua reactiva. Agregar 10 mL de ácido nítrico concentrado y ajustar el volumen a 100,0 mL (1,0 mL = 1,0 mg Hg). Alternativamente, se puede comprar una solución madre de mercurio de una fuente acreditada con una concentración de 1,0 mg Hg/mL. Verifique la calidad del estándar comparándolo con un estándar de segunda fuente (vea el segundo párrafo de la Sec. 9.4).

7.5 Estándares de trabajo de mercurio -- Realice diluciones sucesivas del stock de mercurio solución para obtener estándares que contienen 100 ppm y 10 ppm.

NOTA : La estabilidad de los patrones de mercurio está limitada a 24 - 48 horas. Los estándares de mercurio nuevos deben prepararse diariamente.

7.6 Material estándar de referencia -- En lugar de estándares acuosos de mercurio, sólidos Para la calibración se puede utilizar material de referencia con un valor certificado de mercurio.

8.0 OBTENCIÓN, CONSERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

8.1 Ver el material introductorio al Capítulo Tres, "Analitos inorgánicos".

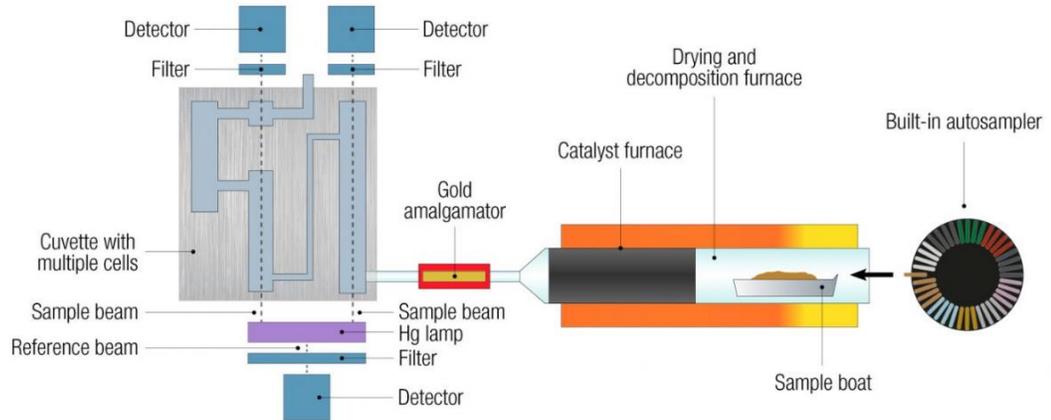
8.2 Todos los recipientes de muestras deben lavarse previamente con detergentes, ácidos y reactivos. agua. Los recipientes de vidrio, plástico y politetrafluoroetileno (PTFE) son adecuados en la mayoría de los casos. Los polímeros no son adecuados para muestras que contengan mercurio metálico.

8.3 Mercurio metálico, algunos compuestos de mercurio inorgánico y muchos mercurio orgánico Los compuestos son volátiles e inestables. Es ventajoso analizar las muestras lo antes posible para determinar el mercurio total en la muestra pero en ningún caso exceder el límite de 28 días como se define en el Capítulo Tres de este manual. Las muestras no acuosas deben analizarse lo antes posible. Si las muestras sólidas no se analizan inmediatamente, es necesaria la refrigeración.

9.0 CONTROL DE CALIDAD

9.1 Consulte el Capítulo Uno para obtener orientación adicional sobre garantía de calidad (QA) y protocolos de control de calidad (QC). Cuando existen inconsistencias entre las pautas de QC, los criterios de QC específicos del método tienen prioridad sobre los criterios específicos de la técnica y los criterios proporcionados en el Capítulo Uno, y los criterios de QC específicos de la técnica tienen prioridad sobre los criterios del Capítulo Uno. Cualquier esfuerzo que involucre la recopilación de datos analíticos debe incluir el desarrollo

ANEXO Nº 2 Esquema de dma-80 evo



ANEXO N°3

Norma Oficial Mexicana sobre Suelos

Viernes 2 de marzo de 2007

DIARIO OFICIAL

(Segunda Sección) 35

SECRETARIA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES

NORMA Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, Que establece criterios para determinar las concentraciones de remediación de suelos contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y/o vanadio.

Al margen un sello con el Escudo Nacional, que dice: Estados Unidos Mexicanos.- Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales.

JOSE RAMON ARDAVIN ITUARTE, Subsecretario de Fomento y Normatividad Ambiental de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales, y JUAN ANTONIO GARCIA VILLA, Comisionado Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios de la Secretaría de Salud y Presidente del Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, con fundamento en lo dispuesto en los artículos 32 Bis fracciones I, II, IV y V y 39 fracciones I y XXI de la Ley Orgánica de la Administración Pública Federal; 5o. fracciones I, II, V, VI y XI, 6o., 36, 37, 37 Bis, 134 fracciones I, II, III y V, 135 fracción III, 136, 139 y 152 Bis de la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente; 2o. fracción X, 7o. fracción II, 68, 69, 70, 73, 77, 78 y 79 de la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de los Residuos; 3 fracción XIII, 13 apartado A fracción IX, 17 bis, 116, 117, 118 fracciones I y VII y 182 de la Ley General de Salud; 38 fracciones II, III, V y VII, 40 fracciones X y XI, 41, 43, 44, 46 y 47 de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 28, 31, 33 y 34 del Reglamento de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización; 8o. fracciones V y VI del Reglamento Interior de la Secretaría de Medio Ambiente y Recursos Naturales; 2 Apartado C fracción X del Reglamento Interior de la Secretaría de Salud; y 3 fracciones I inciso i, II y XI, 10 fracciones IV y VIII, 12 fracciones I y III del Reglamento de la Comisión Federal para la Protección contra Riesgos Sanitarios, presentan

LA NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, QUE ESTABLECE CRITERIOS PARA DETERMINAR LAS CONCENTRACIONES DE REMEDIACION DE SUELOS CONTAMINADOS POR ARSENICO, BARIO, BERILIO, CADMIO, CROMO HEXAVALENTE, MERCURIO, NIQUEL, PLATA, PLOMO, SELENIO, TALIO Y/O VANADIO

De conformidad a lo dispuesto en el artículo 47 fracción I de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, con fecha 11 de noviembre de 2005 se publicó el Proyecto de Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004, que establece Criterios para determinar las Concentraciones de Remediación de Suelos Contaminados por arsénico, bario, berilio, cadmio, cromo hexavalente, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, talio y vanadio, en el Diario Oficial de la Federación, mismo que fue elaborado de manera conjunta con la Secretaría de Salud con el fin de que los interesados en un plazo de 60 días naturales posteriores a la fecha de su publicación presentaran sus comentarios al Comité Consultivo Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales sito en Boulevard Adolfo Ruiz Cortines 4209, cuarto piso, Fraccionamiento Jardines en la Montaña, Delegación Tlalpan, código postal 14210, de esta Ciudad.

Durante el mencionado plazo, la manifestación de impacto regulatorio del citado Proyecto de Norma, estuvo a disposición del público para su consulta en el domicilio antes señalado, de conformidad con el artículo 45 del citado ordenamiento.

De acuerdo con lo establecido en el artículo 47 fracciones II y III de la Ley Federal sobre Metrología y Normalización, los interesados presentaron sus comentarios al proyecto de Norma en cuestión, los cuales fueron analizados por el Comité Consultivo Nacional de Normalización de Medio Ambiente y Recursos Naturales y por el Comité Consultivo Nacional de Normalización, de Regulación y Fomento Sanitario, realizándose las modificaciones procedentes al proyecto; las respuestas a los comentarios y modificaciones antes citados fueron publicadas en el Diario Oficial de la Federación el

Una vez cumplido el procedimiento establecido en la Ley Federal sobre Metrología y Normalización para la elaboración de normas oficiales mexicanas el Comité Consultivo Nacional de Medio Ambiente y Recursos Naturales en sesión de fecha 26 de abril de 2006, aprobó la presente Norma Oficial Mexicana NOM-147-SEMARNAT/SSA1-2004.

CONSIDERANDO

Que la regulación de la contaminación de suelos con materiales y residuos peligrosos está considerada en la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, como asunto de alcance general de la Nación y de interés de la Federación.

Que la Ley General para la Prevención y Gestión Integral de Residuos establece las bases para prevenir la contaminación de sitios por el manejo de materiales y residuos, así como para definir los criterios a los que se sujetará su remediación.

ANEXO N°4.

Norma mexicana nmx-aa-132-scfi-2006 “muestreo de suelos para la identificación y la cuantificación de metales y metaloides, y manejo de la muestra”

- j. El procedimiento de muestreo, materiales, equipos de muestreo y seguridad, recipientes, etiquetas y registros de campo.
- k. La custodia de las muestras.
- l. El procedimiento de aseguramiento y control de calidad del muestreo.
- m. La descripción de actividades, responsables y tiempos de ejecución.
- n. Anexos que soporten el plan de muestreo.

5 TÉCNICAS DE MUESTREO

5.1 Material y equipo recomendado para la colecta de muestras

5.1.1 Especificaciones generales:

- a. Herramienta para la colecta de muestras de suelo en campo, fácil de limpiar, resistente al desgaste y que no contamine las muestras con impurezas.
- b. Envases con capacidad para contener al menos 500 g de muestra.
- c. Plumas, marcadores y etiquetas.
- d. Cinta métrica o flexómetro
- e. Cámara fotográfica.
- f. Libreta de campo.
- g. Plano, mapa o fotografía aérea de la zona de muestreo, con la ubicación tentativa de los puntos de muestreo.
- h. Instrumento que permita la ubicación de los puntos de muestreo.

5.1.2 Muestreo superficial

El muestreo se debe de realizar con una cuchara o espátula de acero inoxidable o plástico.

5.1.3 Muestreo vertical

El muestreo vertical se realiza a través de pozos que permitan obtener muestras para determinar el perfil del suelo a la profundidad proyectada.

Para el muestreo vertical se pueden utilizar excavaciones, que permitan el acceso de la persona que toma la muestra, o se pueden utilizar perforaciones para el hincado de un muestreador manual o mecánico que obtenga un núcleo que permita muestrear el perfil del suelo. Se debe tener precaución de utilizar perforadoras en buen estado que no provoquen contaminación.

5.2 Consideraciones para la toma de las muestras de suelo.

- 5.2.1 Se debe garantizar que la muestra obtenida sea de un tamaño tal que una vez tamizada contenga por lo menos 250 g de residuo fino para su análisis y que facilite y permita, la preparación de muestras compuestas en el muestreo de detalle .

- 5.2.2 Se debe evitar que el equipo de muestreo provoque contaminación entre las diferentes muestras, para lo cual se deberá limpiar con una brocha o cepillo. En caso de que la limpieza no sea suficiente, será necesario lavar con agua, entre muestra y muestra, el equipo y los instrumentos de muestreo. Cuando se utilicen detergentes, éstos deben estar libres de fosfatos.
- 5.2.3 En el muestreo vertical, deben identificarse los diferentes horizontes que forman el suelo en función de su aspecto físico (color, textura, grado de compactación, entre otros). Para horizontes con espesor menor a 30 cm, debe tomarse una muestra de canal vertical abarcando todo el espesor del mismo. Para horizontes mayores a 30 cm deben tomarse tantas muestras de 30 cm como sean necesarias para cubrir el espesor total. Para profundidades mayores a 2 m el intervalo de muestreo deberá ser definido con su justificación correspondiente.
- 5.2.4 En el muestreo de detalle, cada muestra compuesta se constituye con cinco muestras simples tomadas en tresbolillo (ver figura 1) distribuidas uniformemente, salvo para los casos indicados en la tabla 3. El proceso de homogeneización se puede desarrollar en campo asegurando que las muestras simples tengan masa o volumen similares. El homogeneizado puede lograrse utilizando bolsas de polietileno, haciendo girar la muestra en todas direcciones.
- 5.2.5 En caso de presencia de restos de plantas, se deben retirar antes del muestreo, salvo que se consideren importantes para el caso en estudio.
- 5.2.6 En caso de presencia de piedras mayores de 2 cm de diámetro (aproximadamente), éstas deben ser retiradas.
- 5.2.7 Se deben tomar fotografías del sitio y de los puntos de muestreo, los cuales deben estar claramente referenciados.

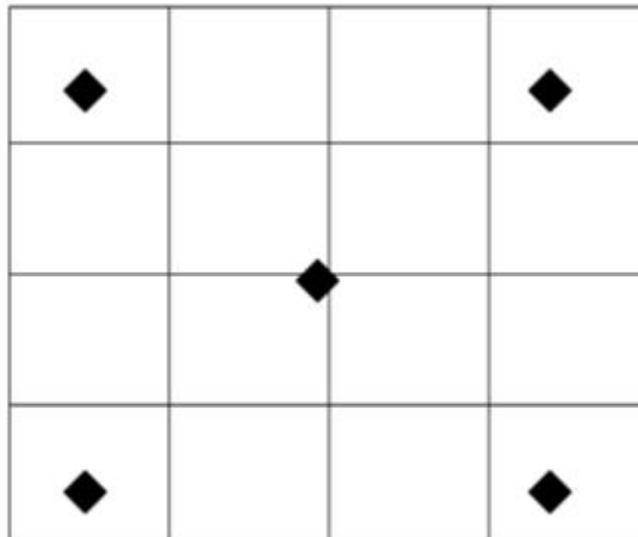


FIGURA 1.- Esquema de distribución en tresbolillo de los incrementos a tomar para la formación de una muestra compuesta.

6 MANEJO Y CONTROL DE MUESTRAS

6.1 Envasado y etiquetado de las muestras.

6.1.1 Al obtener las muestras de suelo, se debe registrar toda la información de muestreo en la libreta de campo.

6.1.2 Las muestras deben ser envasadas y etiquetadas conforme a las siguientes especificaciones:

ANEXO N°5
Reglamento Técnico salvadoreño sobre Agua

**REGLAMENTO TÉCNICO
SALVADOREÑO**

RTS 13.02.01:14

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

**AGUA. AGUA DE CONSUMO HUMANO. REQUISITOS DE CALIDAD E
INOCUIDAD.**

Correspondencia: este reglamento técnico salvadoreño tiene correspondencia parcial con las *Guías para la calidad del agua potable de la Organización Mundial de la Salud*.

ICS 13.060.20

RTS 13.02.01:14

Editada por el Organismo Salvadoreño de Reglamentación Técnica, ubicado en 1ª Calle Poniente, Final 41 Av. Norte, N.º 18 San Salvador, Col. Flor Blanca. San Salvador, El Salvador. Teléfono (503) 2590-5323 y (503) 2590-5335. Sitio web: <http://www.osartec.gob.sv/>

Derechos Reservados

ANEXO N° 6

Guía de validación de métodos analíticos fisicoquímicos del organismo salvadoreño de acreditación

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° 7
Especificaciones del equipo dma-80 evo

	INSTRUCTIVO DE MANEJO ANALIZADOR DE MERCURIO DIRECTO DMA-80 MILESTONE	Código: M-S-LC-I044
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 5 de 68

DMA-80	Tri Cell
Principio	Descomposición térmica de muestra, amalgamación, absorción atómica
Tiempo típico de análisis	5 minutos
Carga de muestra	
Auto muestreador	Placas integradas de 2 x 40 con carga de muestras "sobre la marcha"
Tipo de muestra	Sólido, líquido y gaseoso
Max. peso de muestra (sólido)	1,5 gramos
Max. volumen de muestra (líquido)	1,5 mL
Gas portador	Aire u oxígeno
Presión de entrada	4 bar
Flujo	Ca. 100 ml / minuto
Barco de muestra	Múltiples materiales disponibles (cuarzo)
Horno de combustión	Tubo de cuarzo lleno de catalizador con zona de doble temperatura.
Temperatura de combustión	Tiempo de temperatura y tiempo en programas de temperatura
Detección de mercurio	
Fuente de luz	lámpara de mercurio de baja presión
Longitud de onda	253,65 nm
Detector	Dos fotodiodos mejorados con UV
Límite de detección	0,001 ng Hg
Rango de trabajo	0,01 ng to 1500 ng Hg
Precisión típica	< 1,0% @ 10 ng Hg
Calibración	Soluciones estándar y materiales de referencia certificados
Pre-concentración	hasta 10 veces
Terminal 660	Controlador de grado industrial con pantalla táctil de 6,5 "con resolución VGA de 64,000 colores 640x480 para un gráfico de proceso nítido 5 puertos USB para impresora, teclado, mouse, dispositivos de almacenamiento y otros periféricos externos 1 puerto RS-232 para la interfaz de balance analítico 1 LAN para conexión de red
PC (requisitos mínimos)	CPU Pentium III 800 RAM 256 MB 20 MB de espacio libre en el disco duro 1 puerto USB 1 lector de CD-ROM Windows 7, XP o Vista
Dimensiones	800 (w) x 420 (d) x 300 (h) mm
Peso	56 kg
Fuente de alimentación	110-230 V, 50-60 Hz
Análisis directo de gases	Bloque de inyección para la entrega de muestras y la bomba de vacío, Tiempo de análisis de aproximadamente 3 minutos por muestra. Amplio rango dinámico (de 0,01 a 1500 µg / m ³)
Análisis indirecto de gases	Por trampas absorbentes de mercurio
Métodos estándar	Método EPA 7473 (Mercurio en sólidos y soluciones por descomposición térmica, amalgamación y espectrofotometría de absorción atómica). Método ASTM D-6722-01 (Método de prueba estándar para el mercurio total en residuos de combustión de carbón y carbón por análisis de combustión directa). Método ASTM D-7623-10 (Método de prueba estándar para el mercurio total en petróleo crudo utilizando amalgamación de combustión-oro y método de absorción atómica de vapor frío).

Rangos de trabajo del DMA-80 Tri Celda

	INSTRUCTIVO DE MANEJO ANALIZADOR DE MERCURIO DIRECTO DMA-80 MILESTONE	Código: M-S-LC-I044
		Versión : 03
		Fecha: 21/10/2020
		Página: 6 de 68

Rango	Sólidos y líquidos (ng)	Gases ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Bajo	0,015ng a 10ng (0,15 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ – 100 $\mu\text{g}/\text{Kg}$)	0.015 a 10
Medio	10ng a 20ng (100 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ – 200 $\mu\text{g}/\text{Kg}$)	10 a 20
Alto	20ng a 1200 ng, (200 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ – 12000 $\mu\text{g}/\text{Kg}$)	20 a 1200

Rango bajo

0, 15 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 0.00015 mg/L (ppm) - 100 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 0.1 mg/L (ppm)

Rango Medio

100 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 0.1 mg/L (ppm) - 200 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 0.2 mg/L (ppm).

Rango Alto

200 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 0.2 mg/L (ppm) – 12000 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ = 12 mg/L (ppm).

“cálculos realizados para 100mg = 100 ml de muestra”.

Especificaciones técnicas del compresor:

- Voltaje: 110/60 Voltios / Hz.
- Presión máxima: 100 PSI (7 bar).
- Presión de funcionamiento: 70-100 PSI (5-7 bar).
- Nivel de ruido: 57 decibelios.
- Tamaño del tanque: 6 L.
- Dimensiones: CA 88 x 24 x 57 cm; purificador: 25x22x34 cm.
- Peso: CA 48 Kg; purificador 6 Kg.

ANEXO N° 8

Partes del equipo dma-80 evo

8.1 PARTES BÁSICAS

8.1.1 Vista frontal

La siguiente imagen muestra la vista frontal del DMA-80. Puede observar el interruptor de alimentación principal (1), el auto-muestreador (2) y el bloqueo de la carcasa del chasis (3). La Terminal 660, la llave USB (4).





Instituto de Hidrología,
Meteorología y
Estudios Ambientales

INSTRUCTIVO DE MANEJO ANALIZADOR DE MERCURIO DIRECTO DMA-80 MILESTONE

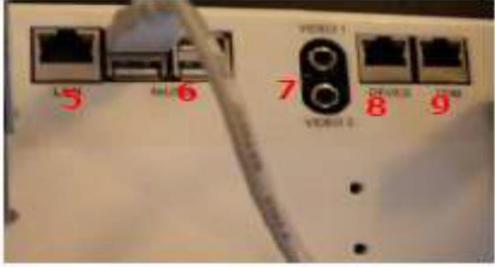
Código: M-S-LC-1044

Versión : 03

Fecha: 21/10/2020

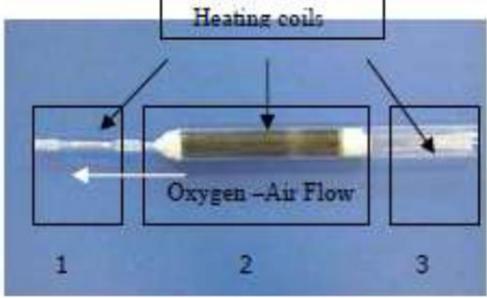
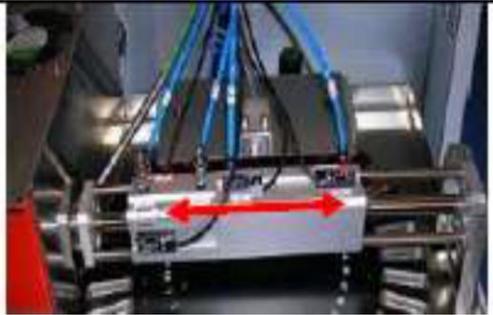
Página: 7 de 68

8.1.2 Vista lateral trasera

<p>Una visión general de la parte trasera del DMA-80 se muestra en la imagen:</p> <ol style="list-style-type: none">1) Puerto RJ45 para la conexión con la Terminal 660.2) Conexión del cable de alimentación3) llave USB.4) Número de serie del instrumento y Información técnica.	
<p>En la vista trasera de la Terminal:</p> <ol style="list-style-type: none">5) puerto LAN para la red.6) conexión USB 4x para impresora o teclado o ratón.7) Video.8) Conexión del dispositivo.9) Puerto RJ45.	
<p>En el lado derecho del DMA-80, la salida de escape (10). Para la trampa de mercurio.</p>	

8.1.3 Vista interior

<p>La imagen muestra la vista interior del hardware del DMA-80.</p>	
<p>DMA-80 Ducon Cuvette</p> <ol style="list-style-type: none">1. cubo de Ducon (dos celdas).2. Detector.3. Lámpara Hg.	

<p>La imagen muestra cómo el amalgamador y el catalizador están conectados dentro del módulo del horno catalizador. Observe dónde se encuentran los serpentines de calentamiento: 1) cubre el amalgamador, 2) está alrededor del tubo de catalizador, y 3) cubre el extremo del tubo de catalizador.</p>	 <p>The diagram shows a horizontal tube assembly. A central tube is labeled 'Oxygen - Air Flow' with an arrow pointing left. Above the tube, a box labeled 'Heating coils' has three arrows pointing to specific locations: 1) at the left end of the tube, 2) around the middle section of the tube, and 3) at the right end of the tube.</p>
<p>Medidor de flujo externo para control de flujo de oxígeno. Durante el funcionamiento normal no está conectado (propósito del servicio). (el flujo debe estar entre 6-8 psi)</p>	 <p>A photograph of a clear plastic flow meter with a graduated scale, connected to white tubing. It is mounted on a metal base.</p>
<p>Actuador neumático vertical.</p>	 <p>A photograph showing a vertical pneumatic cylinder actuator. An orange arrow points to the bottom of the cylinder, indicating its vertical movement.</p>
<p>Actuador neumático horizontal.</p>	 <p>A photograph of a horizontal pneumatic cylinder actuator. A red double-headed arrow is drawn across the front of the cylinder to indicate its horizontal movement.</p>

ANEXO N° 9
Cálculos para agua potable

9.5. RESULTADOS

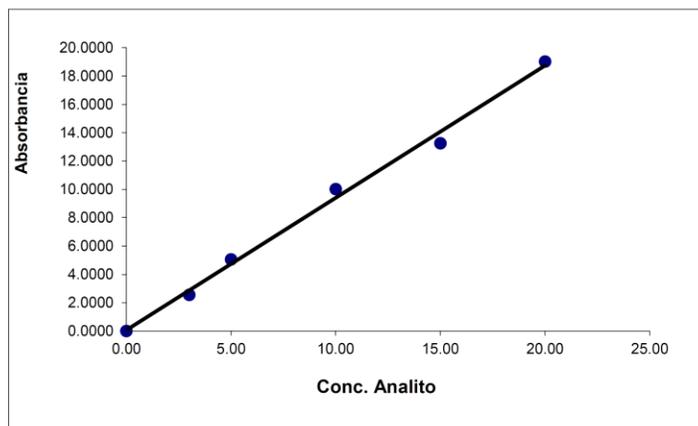
9.5.01 LINEALIDAD

INTERVALO LINEAL

CURVA No. 1 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	Conc. µg/L	C. Muest ug/L	$(X_i - X_{prom})^2$	Y _{ci}	$(Y_i - Y_{ci})^2$	X _i ²
1	0.00	0.0000	-0.0710	78.0278	0.0661	0.0044	0.0000
2	3.00	2.5483	2.6580	34.0278	2.8676	0.1019	9.0000
3	5.0	5.0562	5.3440	14.6944	4.7353	0.1030	25.0000
4	10.0	10.0105	10.6490	1.3611	9.4044	0.3674	100.0000
5	15.0	13.2485	14.1160	38.0278	14.0736	0.6807	225.0000
6	20.0	19.0261	20.3030	124.6944	18.7427	0.0803	400.0000

Promedio 8.8
 Pendiente 0.93383
 Intercepto 0.06610
 Coef. Det 0.99475



COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DE INTERCEPTO

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t \text{ calculado} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = $[b - (t \text{ tab})(S_b) ; b + (t \text{ tab})(S_b)]$

S ² _{v/x}	0.3344261	INTERVALO DEL INTERCEPTO
S _{xx}	290.8333	Lim Inferior
S _{y/x}	0.5782959	-0.99281767
S _b	0.3813935	Lim Superior
GL	4	1.125018473

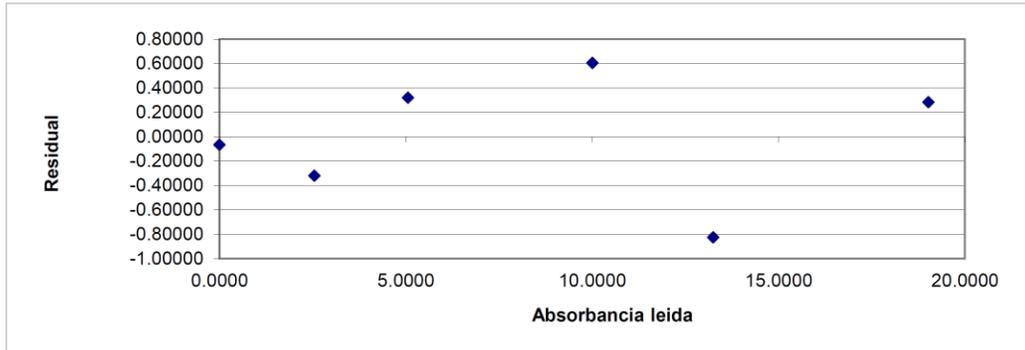
t calculado 0.173313
 t_{0.05} (4) 2.776445

Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
 Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	0.06610	-0.06610	
2	2.5483	2.86759	-0.31929	11.79
3	5.0562	4.73525	0.32095	6.56
4	10.0105	9.40440	0.60610	6.24
5	13.2485	14.07355	-0.82505	6.04
6	19.0261	18.74270	0.28340	1.50

Yi: Concentración leída
 Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
 Residual = Yi - Yci

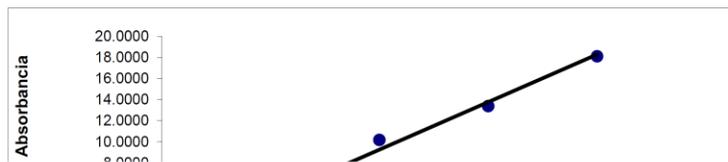


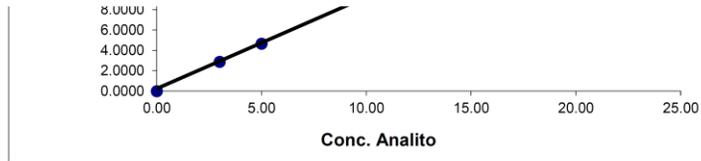
NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 2 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	Conc. µg/L	C. Muest	(Xi-Xprom) ²	Yci	(Yi-Yci) ²	Xi ²
1	0.00	0.0000	0.0000	78.0278	0.2500	0.0625	0.0000
2	3.00	2.8850	2.3149	34.0278	2.9532	0.0047	9.0000
3	5.0	4.6725	4.6725	14.6944	4.7554	0.0069	25.0000
4	10.0	10.1860	10.1860	1.3611	9.2608	0.8560	100.0000
5	15.0	13.3965	13.3965	38.0278	13.7662	0.1367	225.0000
6	20.0	18.1172	18.1172	124.6944	18.2716	0.0238	400.0000

Promedio 8.8
 Pendiente 0.90108
 Intercepto 0.25000
 Coef. Det 0.99540





COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO

DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t_{\text{calculado}} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = $[b - (t_{\text{tab}})(S_b) ; b + (t_{\text{tab}})(S_b)]$

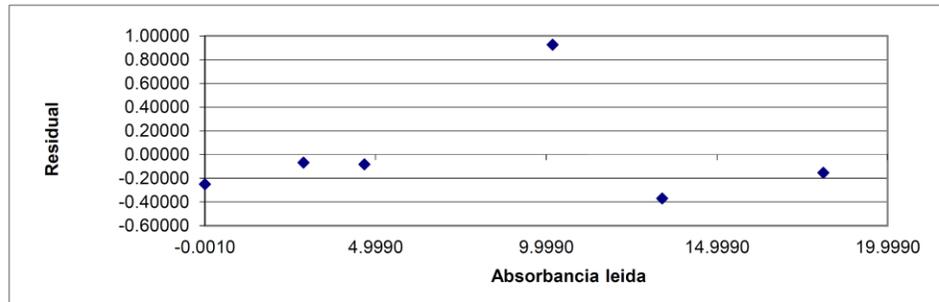
$S^2_{v/x}$	0.272635	INTERVALO DEL INTERCEPTO
S_{xx}	290.83333	Lim Inferior -0.706095679
S_m	0.030617	Lim Superior 1.206104618
$S_{y/x}$	0.522145	
S_b	0.344361	
GL	4	
t calculado	0.725995	
$t_{0.05(4)}$	2.776445	

Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	0.25000	-0.25000	
2	2.8850	2.95324	-0.06824	2.34
3	4.6725	4.75540	-0.08290	1.76
4	10.1860	9.26079	0.92521	9.52
5	13.3965	13.76619	-0.36969	2.72
6	18.1172	18.27158	-0.15438	0.85

Yi: Concentración leída
Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
Residual = Yi - Yci



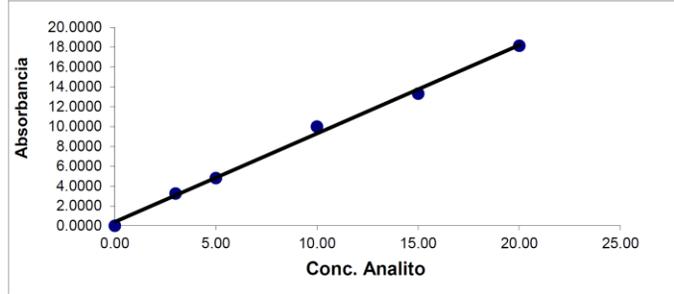
NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 3 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	Conc. µg/L	C. Muest	$(X_i - X_{prom})^2$	Yci	$(Y_i - Y_{ci})^2$	X_i^2
1	0.00	0.0000	0.0000	78.0278	0.3840	0.1474	0.0000
2	3.00	3.2449	2.2443	34.0278	3.0583	0.0348	9.0000
3	5.0	4.8128	4.8128	14.6944	4.8411	0.0008	25.0000
4	10.0	10.0077	10.0077	1.3611	9.2983	0.5032	100.0000

5	15.0	13.3231	13.3231	38.0278	13.7555	0.1870	225.0000
6	20.0	18.1614	18.1614	124.6944	18.2127	0.0026	400.0000

Promedio 8.8
Pendiente 0.89144
Intercepto 0.38396
Coef. Det 0.99622



**COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO
DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO**

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t_{\text{calculado}} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = [b - (t tab)(Sb) ; b + (t tab)(Sb)]

$S^2_{y/x}$	0.218970	INTERVALO DEL INTERCEPTO
S_{xx}	290.83333	Lim Inferior -0.472887327
$S_{y/x}$	0.467942	Lim Superior 1.240811109
S_b	0.308614	
GL	4	
t calculado	1.244150	
$t_{0.05} (4)$	2.77644511	

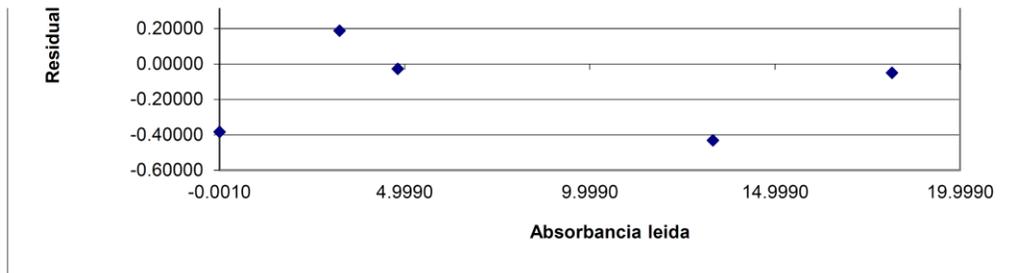
Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	0.38396	-0.38396	
2	3.2449	3.05827	0.18663	5.92
3	4.8128	4.84114	-0.02834	0.59
4	10.0077	9.29833	0.70937	7.35
5	13.3231	13.75551	-0.43241	3.19
6	18.1614	18.21269	-0.05129	0.28

Yi: Concentración l eida
Yci Concentración estimada con la curva de calibración
Residual = Yi - Yci



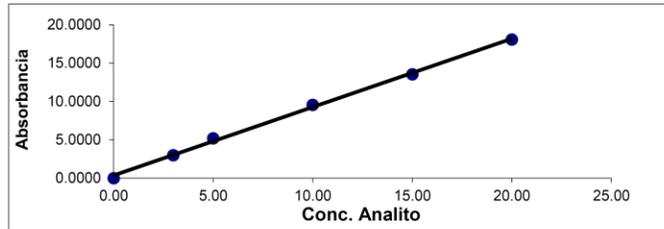


NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 4 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	Conc. µg/L	C. Muest	$(X_i - X_{prom})^2$	Y _{ci}	$(Y_i - Y_{ci})^2$	X _i ²
1	0.00	0.0000	0.0000	78.0278	0.3504	0.1228	0.0000
2	3.00	2.9775	2.5443	34.0278	3.0252	0.0023	9.0000
3	5.0	5.2056	5.2056	14.6944	4.8083	0.1578	25.0000
4	10.0	9.5426	9.5426	1.3611	9.2662	0.0764	100.0000
5	15.0	13.5432	13.5432	38.0278	13.7241	0.0327	225.0000
6	20.0	18.0872	18.0872	124.6944	18.1819	0.0090	400.0000

Promedio 8.8
 Pendiente 0.89157
 Intercepto 0.35044
 Coef. Det 0.99827



**COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO
 DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO**

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t \text{ calculado} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

$$\text{Intervalo del intercepto} = [b - (t \text{ tab})(S_b) ; b + (t \text{ tab})(S_b)]$$

S ² _{v/x}	0.100251	INTERVALO DEL INTERCEPTO	
S _{xx}	290.83333	Lim Inferior	-0.229331576
S _{y/x}	0.316625	Lim Superior	0.930213409
S _b	0.208818		
GL	4		
t calculado	1.678210		
t _{0.05} (4)	2.776445		

Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

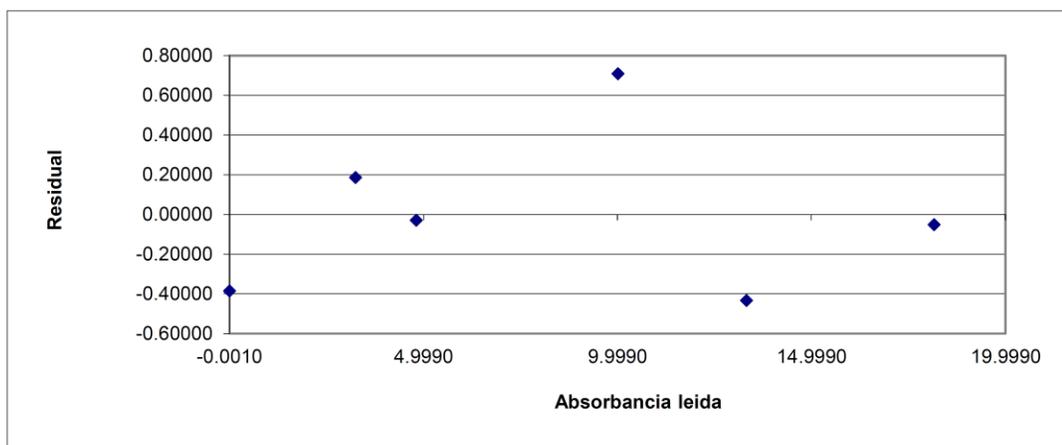
Est. No.	Y _i	Y _{ci}	Residual	% Dif
1	0.0000	0.35044	-0.35044	
2	2.9775	3.02516	-0.04766	1.59
3	5.2056	4.80831	0.39729	7.93

4	9.5426	9.26619	0.27641	2.94
5	13.5432	13.72406	-0.18086	1.33
6	18.0872	18.18193	-0.09473	0.52

Yi: Concentración leída

Yci: Concentración estimada con la curva de calibración

Residual = Yi - Yci



NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

Máxima respuesta del equipo **19.0261**
 Pendiente promedio **0.90878**
 Intercepto promedio **0.23336**

**9.5.01 LINEALIDAD
INTERVALO DE TRABAJO**

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DEL BLANCO PREPARADO

Réplica	Conc.	
1	0.3149	Analista 1
2	0.5025	Analista 1
3	0.2546	Analista 1

**PREPARACIÓN Y RESULTADOS DE ANALISIS DE BLANCOS FORTIFICADOS
NIVEL 1 (ANALISTA 1)**

SOLUCION FORTIFICANTE
 Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 300 µL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.0300 ug
 Concentración esperada 3.000 ug/L

Réplica	Conc. Calc
1	2.6452
2	2.7662
3	2.9737

NIVEL 2 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE
 Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 500 µL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.05 ug

Concentración esperada 5.000 ug/L

Réplica	Conc. Calc
1	4.6714
2	4.4381
3	4.5558

NIVEL 3 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1000 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.10 ug
 Concentración esperada 10.000 ug/L

Réplica	Conc. Calc
1	9.43230
2	8.4106
3	9.1376

NIVEL 4 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1500 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.15 ug
 Concentración esperada 15.000 ug/L

Réplica	Conc. Calc
1	14.6995
2	14.4524
3	15.2102

NIVEL 5 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

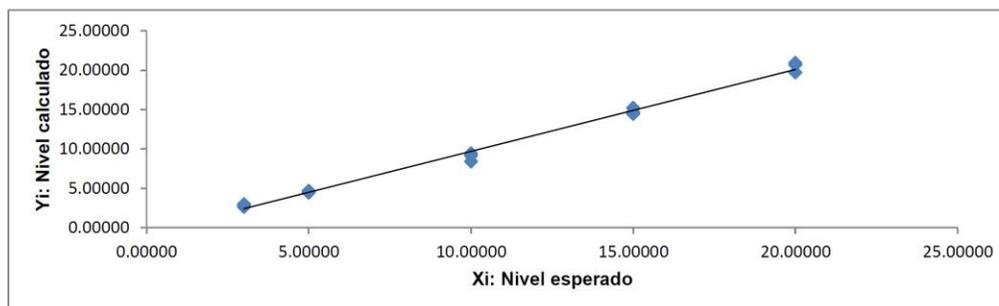
Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 2000 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.20 ug
 Concentración esperada 20.000 ug/L

Réplica	Conc. Calc
1	19.7261
2	20.6770
3	20.9418

CALCULOS RELATIVOS AL INTERVALO DE TRABAJO

Xi: Nivel esperado		Yi: Nivel calculado		Residual =	Xi - Yci	
Yci = m Xi + b		m: pendiente	b: Intercepto			
i	Xi	Yci	(Xi-Yci)	(Xi-Yci) ²	(Xi-Xprom) ²	% Dif Xi, Yci
1	0.00000	0.31490	-0.3149000	0.0991620	76.4701182	
2	0.00000	0.50250	-0.5025000	0.2525063	76.4701182	

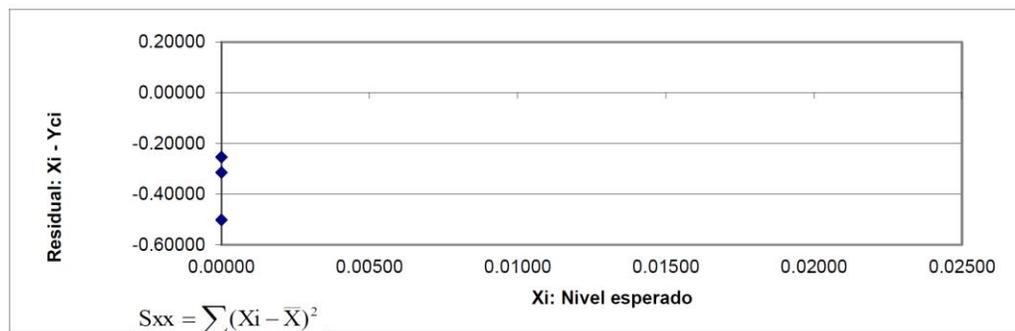
3	0.00000	0.25460	-0.2546000	0.0648212	0.0000000	76.4701182	
1	3.00000	2.64520	0.3548000	0.1258830	9.0000000	33.0018015	12.57
2	3.00000	2.76620	0.2338000	0.0546624	9.0000000	33.0018015	8.11
3	3.00000	2.97370	0.0263000	0.0006917	9.0000000	33.0018015	0.88
4	5.00000	4.67140	0.3286000	0.1079780	25.0000000	14.0229237	6.80
5	5.00000	4.43810	0.5619000	0.3157316	25.0000000	14.0229237	11.91
6	5.00000	4.55580	0.4442000	0.1973136	25.0000000	14.0229237	9.30
7	10.00000	9.43230	0.5677000	0.3222833	100.0000000	1.5757293	5.84
8	10.00000	8.41060	1.5894000	2.5261924	100.0000000	1.5757293	17.27
9	10.00000	9.13760	0.8624000	0.7437338	100.0000000	1.5757293	9.01
10	15.00000	14.69950	0.3005000	0.0903003	225.0000000	39.1285348	2.02
11	15.00000	14.45240	0.5476000	0.2998658	225.0000000	39.1285348	3.72
12	15.00000	15.21020	-0.2102000	0.0441840	225.0000000	39.1285348	-1.39
13	20.00000	19.72610	0.2739000	0.0750212	400.0000000	126.6813404	1.38
14	20.00000	20.67700	-0.6770000	0.4583290	400.0000000	126.6813404	-3.33
15	20.00000	20.94180	-0.9418000	0.8869872	400.0000000	126.6813404	-4.60
Promedio	8.7447						



Pendiente 1.040
Intercepto -0.710
Coefi. Corr. 0.997 Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Residual = $X_i - Y_{ci}$



NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

COMPARACIÓN DE LA PENDIENTE CON EL VALOR UNO. DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DE LA PENDIENTE

$$S_m = \sqrt{\frac{S^2_{y/x}}{S_{xx}}} \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad t \text{ calculado} = \frac{\text{Abs}(m - 1)}{S_m}$$

Intervalo de la pendiente = $[m - (t \text{ tab})(S_m) ; m + (t \text{ tab})(S_m)]$

S ² v/x	0.4807	INTERVALO DE LA PENDIENTE	
Sxx	643.2310	Lim Inferior	0.958
Sm	0.0273	Lim Superior	1.122
GL	13		
t 0.01 (13)	3.012		
t calculado	1.463		

Observación: t calculado es menor o igual que t tabulado, por lo que el intervalo de la pendiente contiene el valor uno.
Cumple

INTERVALO DE TRABAJO EN MUESTRAS CONSIDERANDO CANTIDAD DE MUESTRA Y DILUCIÓN ANTES ESPECIFICADAS

Límite inferior = LCM 1.0435 ug/L
Límite superior para Concentración máxima (19.0261) = 69.1501 ug/L

9.5.2 RECUPERACION, EXACTITUD, SESGO

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DEL BLANCO NO FORTIFICADO

Réplica	C: ug/L	
1	0.0000	Analista 1
2	0.0205	Analista 1
3	0.0669	Analista 1
Promedio	0.0291	

FORTIFICACIÓN DE LA MUESTRA CONTROL. SE FORTIFICARÁN BLANCOS NO FORTIFICADOS

SOLUCION FORTIFICANTE

Preparar una solución de Analito con concentración 0.10 ug/mL

NIVEL 1 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
Cantidad de fortificante adicionado 300 uL
Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L (Aforo)
Cantidad de analito adicionada 0.03 ug
Concentración esperada 3.000 ug/L

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. ug/L	C calc. ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	3.0291	2.7802	0.92	91.8	-8.22
2	3.0291	2.8053	0.93	93	-7.39
3	3.0291	2.7299	0.90	90.1	-9.88
Promedio		2.772	0.92	92	-8.50
Desviación Estándar			0.0127	1.27	1.27
Desviación Estándar de la Media			0.0073	0.73	0.73
Repetibilidad como CV			0.80		
Incert. estándar de la recuperación:			0.0073	ug/L	

GL 2

Nivel de Confianza 95 %

t tabulado 4.30265273

Recuperación calculada 0.92 tanto por uno

Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.88 a 0.95]

Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. mg/Kg	C calc. ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	3.0291	2.9737	0.98	98	-1.83
2	3.0291	2.7662	0.91	91	-8.68
3	3.0291	2.8657	0.95	95	-5.40
Promedio		2.869	0.95	95	-5.30
Desviación Estándar			0.0343	3.43	3.43
Desviación Estándar de la Media			0.01978	1.978	1.978
Repetibilidad como CV			2.089		
Incert. estándar de la recuperación:			0.01978	ug/L	

GL 2
 Nivel de Confianza 95 %
 t tabulado 4.30265273
 Recuperación calculada **0.95** tanto por uno
 Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.86 a 1.03]
 Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

NIVEL 3 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1000 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L
 Cantidad de analito adicionada 0.10 ug
 Concentración adicionada 10.000 ug/L

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. ug/L	C calc: ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	10.0291	8.1491	0.813	81.3	-18.7
2	10.0291	8.3708	0.835	83.5	-16.5
3	10.0291	8.7529	0.873	87.3	-12.7
4	10.0291	9.4323	0.940	94.0	-6.0
5	10.0291	8.4106	0.839	83.9	-16.1
6	10.0291	9.1376	0.911	91.1	-8.9
Promedio		8.709	0.868	86.8	-13.2
Desviación Estándar			0.0494	4.94	4.94
Desviación Estándar de la Media			0.0202	2.02	2.02
Repetibilidad como CV			2.32		
Incert. estándar de la recuperación:			0.02015	ug/L	

GL 5
 Nivel de Confianza 95 %
 t tabulado 2.570581836
 Recuperación calculada **0.87** tanto por uno
 Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.82 a 0.92]
 Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. ug/L	C: ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	10.0291	9.4916	0.946	94.6	-5.36
2	10.0291	10.0071	0.998	99.8	-0.22
3	10.0291	9.9722	0.994	99.4	-0.57
4	10.0291	9.4003	0.937	93.7	-6.27
5	10.0291	9.2842	0.926	92.6	-7.43
6	10.0291	9.7698	0.974	97.4	-2.6
Promedio		9.718	0.963	96.3	-3.74
Desviación Estándar			0.0305	3.05	3.05
Desviación Estándar de la Media			0.0124	1.24	1.24
Repetibilidad como CV			1.29		
Incert. estándar de la recuperación:			0.0124	ug/L	

GL 5
 Nivel de Confianza 95 %
 t tabulado 2.570581836
 Recuperación calculada **0.96** tanto por uno
 Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.93 a 0.99]
 Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

NIVEL 5 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 0.10 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 2000 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.01 L
 Cantidad de analito adicionada 0.20 ug
 Concentración adicionada 20.000 ug/L

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. ug/L	C calc: ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	20.03	20.2229	1.010	101.0	0.97
2	20.03	19.8978	0.993	99.3	-0.66

3	20.03	20.5675	1.027	102.7	2.7
Promedio	20.229		1.010	101.0	1.0
Desviación Estándar			0.0167	1.67	1.67
Desviación Estándar de la Media			0.0097	0.97	0.97
Repetibilidad como CV			0.96		
Incert. estándar de la recuperación:			0.0097	ug/L	

GL 2
 Nivel de Confianza 95 %
 t tabulado 4.30265273
 Recuperación calculada 1.01 tanto por uno
 Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.97 a 1.05]
 Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. mg/Kg	C calc. ug/L	Recup	Exactitud	Sesgo
1	20.03	20.677	1.032	103.2	3.23
2	20.03	20.9418	1.046	104.6	4.56
3	20.03	20.8187	1.039	103.9	3.94
Promedio	20.813		1.030	103.9	3.91
Desviación Estándar			0.00662	0.662	0.662
Desviación Estándar de la Media			0.00382	0.382	0.382
Repetibilidad como CV			0.371		
Incert. estándar de la recuperación:			0.00382	ug/L	

GL 2
 Nivel de Confianza 95 %
 t tabulado 4.30265273
 Recuperación calculada 1.03 tanto por uno
 Intervalo de Confianza de la Recuperación: [1.01 a 1.05]
 Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

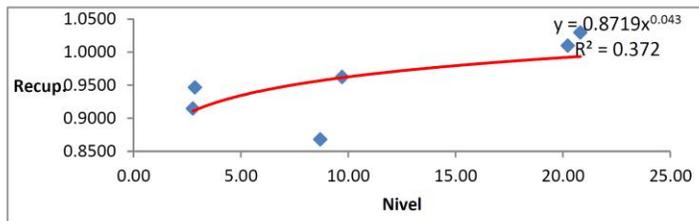
CORRELACION DE LA RECUPERACION Y NIVEL MEDIDO

$$Re\ c = k\ Nivel^p \quad \ln(Re\ c.) = \ln(k) + p\ \ln(Nivel)$$

TABLA RESUMEN

i	Nivel	Rec. Calc.	Ln(Rec. Calc.)	Ln(Nivel)	Rec. Pred.
1	2.7718	0.9150	-0.0888	1.0195	0.9109
2	2.8685	0.9470	-0.0545	1.0538	0.9123
3	8.7089	0.8684	-0.1412	2.1643	0.9569
4	9.7178	0.9626	-0.0381	2.2740	0.9614
5	20.2294	1.0100	0.0099	3.0071	0.9922
6	20.8125	1.0300	0.0296	3.0356	0.9934

Ln(k) -0.137128504
 p 0.04299501
 Coef. Corr 0.609905824
 R² 0.371985114
 k 0.871858182



9.5.3 REPETIBILIDAD Y PRECISIÓN INTERMEDIA

REPETIBILIDAD

NIVEL 1:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: ug/L

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	2.6452	2.6600	2.743
2	2.7662	2.7802	
3	2.9737	2.8053	
4	2.6293	2.7299	
5	2.6210	2.7101	
6	2.8657	2.7299	
Promedio	2.7502	2.7359	

Varianza	0.021177	0.00	0.011916
Repetibilidad	2.16	0.77	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 0.11 ug/L
Precisión: 100*Sx/Prom 3.98 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.0398

NIVEL 3:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: ug/L

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	8.1491	9.4916	
2	8.3708	10.0071	
3	8.7529	9.9722	
4	9.4323	9.4003	
5	8.4106	9.2842	
6	9.1376	9.7698	
Promedio	8.7089	9.6542	9.182
Varianza	0.245140	0.093366	0.169253
Repetibilidad	2.32	1.29	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 0.41 ug/L
Precisión: 100*Sx/Prom 4.48 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.0448

NIVEL 5:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: ug/L

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	20.6770	18.994	
2	20.9418	19.898	
3	21.1593	20.568	
4	20.8187	16.904	
5	19.8711	17.583	
6	20.6336	20.223	
Promedio	20.6836	19.028	19.856
Varianza	0.194782	2.230967	1.212874
Repetibilidad	0.871	3.205	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 1.10 ug/L
Precisión: 100*Sx/Prom 5.55 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.0555

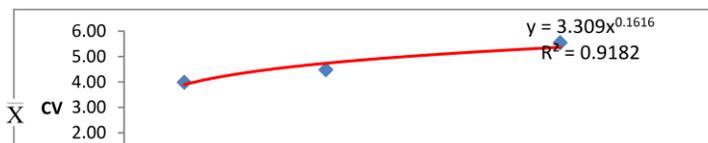
CORRELACION DE CV Y NIVEL DE ANALITO

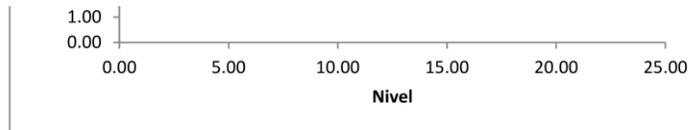
$$CV = k \text{ Nivel}^p \quad \ln(CV) = \ln(k) + p \ln(\text{Nivel})$$

TABLA RESUMEN

i	Nivel	CV calc	Ln(CV)	Ln(Nivel)	CV predicho
1	2.7430	3.98	1.3812	1.0091	3.89
2	9.1815	4.48	1.4998	2.2172	4.73
3	19.8559	5.55	1.7132	2.9885	5.36

Ln(k) 1.196647576 k 3.309005121
 p 0.161580627
 Coef. Corr 0.958236932
 R² 0.9182180





PRECISIÓN INTERMEDIA COMO CV
ANÁLISIS DE VARIANZA DE LOS RESULTADOS

$$CV = \frac{\sqrt{CMd + CMe}}{\bar{X}} 100$$

CMd: Varianza dentro de grupos
CMe Varianza entre grupos
Promedio de todos los datos

Réplica	Analista 2	Analista 1	Sumatoria
1	2.6452	2.6600	
2	2.7662	2.7802	
3	2.9737	2.8053	
4	2.6293	2.7299	
5	2.6210	2.7101	
6	2.8657	2.7299	
Prom	2.750	2.736	
Varianza	0.021177	0.002655	
Suma Gi	16.501	16.415	32.917
(Suma Gi) ²	272.286	269.465	541.752

Xij²

Réplica	Analista 2	Analista 1
1	6.99708	7.07560
2	7.65186	7.72951
3	8.84289	7.86971
4	6.91322	7.45235
5	6.86964	7.34464
6	8.21224	7.45235

a =	2	b =	6
Suma Xij =	32.92	(Suma Xij) ² =	1083.495972
Suma Xij ² =	90.4	Sctotal =	0.12
SCe =	0.000612041	SCd =	0.12
GLe	1	GLd	10
CMe	0.00	CMd	0.01
α =	0.050	F calculado	0.051
F Tab = F(α, GLe, GLd) =		F(0,05, 1, 10) =	4.965

PRECISION INTERMEDIA: CV = **4.08** **Cumple**
NOTA: No aplica hacer la comparación, ya que la mayoría de los niveles calculados en la muestra fortificada están por debajo del Limite de Cuantificación estimado

Réplica	Analista 2	Analista 1	Sumatoria
1	8.149	9.492	
2	8.371	10.007	
3	8.753	9.972	
4	9.432	9.400	
5	8.411	9.284	
6	9.138	9.770	
Prom	8.709	9.654	
Varianza	0.245140	0.093366	
Suma Gi	52.2533	57.9252	110.1785
(Suma Gi) ²	2730.4074	3355.3288	6085.7362

Xij²

Réplica	Analista 2	Analista 1
1	66.40783	90.09047
2	70.07029	100.14205
3	76.61326	99.44477
4	88.96828	88.36564
5	70.73819	86.19637
6	83.49573	95.44899

a = 2 b = 6
 Suma Xij = 110.18 (Suma Xij)² = 12139.30186
 Suma Xij² = 1016.0 Sctotal = 4.37
 SCe = 2.680870801 SCd = 1.69
 GLe 1 GLd 10
 CMe 2.68 CMd 0.17
 α = 0.050 **F calculado 15.839**

F Tab = F(α, GLe, GLd) = F(0.05, 1, 10) = 4.965
PRECISIÓN INTERMEDIA: CV = 18.39 Cumple

Réplica	Analista 1	Analista 2	Sumatoria
1	20.677	18.994	
2	20.942	19.898	
3	21.159	20.568	
4	20.819	16.904	
5	19.871	17.583	
6	20.634	20.223	
Prom	20.684	19.028	
Varianza	0.194782	2.230967	
Suma Gi	124.1015	114.1690	238.2705
(Suma Gi) ²	15401.1823	13034.5606	28435.7429

Xij²

Réplica	Analista 1	Analista 2
1	427.53833	360.76444
2	438.55899	395.92244
3	447.71598	423.02206
4	433.41827	285.74860
5	394.86062	309.15837
6	425.74545	408.96568

a = 2 b = 6
 Suma Xij = 238.27 (Suma Xij)² = 56772.83117
 Suma Xij² = 4751.4192 Sctotal = 20.349956
 SCe = 8.221213021 SCd = 12.128743
 GLe 1 GLd 10
 CMe 8.221213 CMd 1.2128743
 α = 0.050 **F calculado 6.778**

F Tab = F(α, GLe, GLd) = F(0.05, 1, 10) = 4.965
PRECISIÓN INTERMEDIA: CV = 15.47 Cumple

NOTA: La diferencia detectada por el ANAVA es significativa, pero es pequeña porque la máxima diferencia detectada entre los promedios es de 8% y no supera el 15% establecido y la precisión de los resultados analíticos es muy buena (CVd no mayor del 10%), lo que permite detectar pequeñas diferencias entre analistas. Por lo tanto, la diferencia detectada no incide significativamente en la confiabilidad de los resultados.

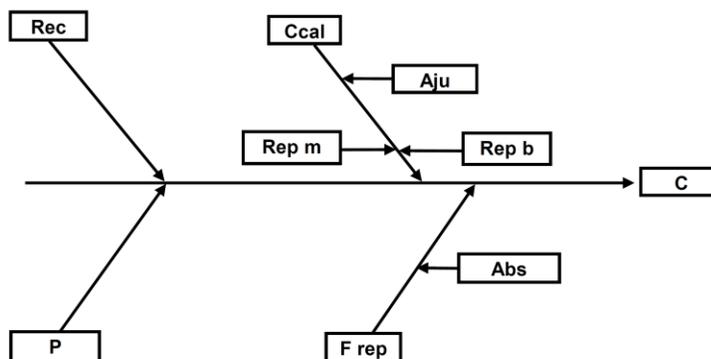
9.5.4 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE
DEFINICIÓN DEL MENSURANDO

$$C = \frac{(C_{cal})(P)(F_{rep})}{(Re \ c)} \quad C_{cal} = \frac{(Abs - b)}{m}$$

C: Concentración del analito en muestra dada en unidades de ug/L

Ccal	Concentración del analito dada por la curva de calibración
P	Pureza del estándar analítico en tanto por uno
Frep :	Factor de repetibilidad de todo el proceso analítico
Rec :	Recuperación del analito expresada en tanto por uno
b :	Intercepto de la curva de calibración
m :	Pendiente de la curva de calibración
Abs	Absorbancia
Rep m :	Repetibilidad de la pendiente
Rep b :	Repetibilidad del intercepto b
Cal :	Calibración
Temp :	Temperatura
Aju :	Ajuste de la Curva de Calibración

FUENTES DE INCERTIDUMBRE



CUANTIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE LA INCERTIDUMBRE

Cantidad de muestra analizada:	0.3
Factor de dilución Fd:	1.00

Estimación de la Incertidumbre en Ccal

Estimación de la Incert. Est. por repetibilidad de la pendiente m y repetibilidad del intercepto b

Replica	Pendiente	Intercepto
1	0.93383	0.06610
2	0.90108	0.25000
3	0.89144	0.38396
4	0.89157	0.35044
Promedio	0.90448	0.26263
Desv. Est.	0.01004	0.07142
CV	1.11006	27.196

Incertidumbre estándar de la pendiente por repetibilidad =
 Incertidumbre estándar del intercepto por repetibilidad =

0.01004
 0.07142

Estimación de la Incertidumbre Estándar de Xp por repetibilidad de m y b

$$SXp Rep m, b = \frac{y - b}{m} \sqrt{\left(\frac{Sb}{Y - b}\right)^2 + \left(\frac{Sm}{m}\right)^2}$$

Est.	Xi o	Yi	SXp Rep	Incert. Exp
------	------	----	---------	-------------

No.	Xpi			Rel. %
1	0.0000	0.0000	-0.07903	Infinito
2	3.0000	2.5483	0.08380	5.59
3	5.0000	5.0562	0.09847	3.94
4	10.0000	10.0105	0.14335	2.87
5	15.0000	13.2485	0.17786	2.37
6	20.0000	19.0261	0.24345	2.43

Estimación de la Incertidumbre Estándar de Xp por Ajuste Imperfecto de la Curva de Calibración (SXp Aju)

$$SXp \text{ Aju} = \sqrt{\frac{\sum (Yi - Yci)^2}{n-2} \left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(Xp - \bar{Xi})^2}{\sum Xi^2 - \frac{(\sum Xi)^2}{n}}\right)}$$

(Tomado de Eurachem-Citac Guide 2000)

- Xp : Valor de la concentración de analito dado por la curva de calibración.
 SXp: Incertidumbre Estándar del parámetro Xp estimado por la curva de calibración
 Yi: Valores de Concentración del Analito, encontrados experimentalmente
 Yic: Valores de Absorbancias del Analito, calculados por la curva de calibración
 n: Cantidad de pares ordenados
 m: Pendiente de la Curva de Calibración
 Xi: Promedio de concentración de analito

Est No.	Xi	Yi	Yci	(Yi-Yci) ²	Xi ²
1	0.0000	0.00	0.26	0.07	0.0
2	3.0000	2.91	2.98	0.00	9.0
3	5.0000	4.94	4.79	0.02	25.0
4	10.0000	9.94	9.31	0.40	100.0
5	15.0000	13.38	13.83	0.20	225.0
6	20.0000	18.35	18.35	0.00	400.0
SUMA	53.0000			0.70	759.0
PROMEDIO	8.8333				

$$\frac{\sum (Yi - Yci)^2}{n-2} = 0.212744$$

$$\sum Xi^2 - \frac{(\sum Xi)^2}{n} = 290.8333$$

$$1 + \frac{1}{n} = 1.166666667$$

Incumbres Estándar por Ajuste Imperfecto, estimadas para cada Xi

Est. No.	Xi o Xpi	SXp Aju	Incert. Exp Rel. %
1	0.0000	0.553	Infinito
2	3.0000	0.523	34.8
3	5.0000	0.509	20.4
4	10.0000	0.499	10.0
5	15.0000	0.525	7.0
6	20.0000	0.583	5.8

Incumbres Estándar en la calibración = S cal

$$S Xp \text{ cal} = \sqrt{S^2 Xp \text{ Rep } m, b + S^2 Xp \text{ Aju}}$$

Est. No.	Xp	SXp Rep	SXp Aju	S Xp Cal	Incert. Exp Rel. %
1	0.0000	-0.07903	0.553	0.558	Infinito
2	3.0000	0.08380	0.523	0.529	35.3
3	5.0000	0.09847	0.509	0.518	20.7
4	10.0000	0.14335	0.499	0.519	10.4
5	15.0000	0.17786	0.525	0.555	7.4

6	20.0000	0.24345	0.583	0.631	6.3
---	---------	---------	-------	-------	-----

Incertidumbre Estándar de la Recuperación

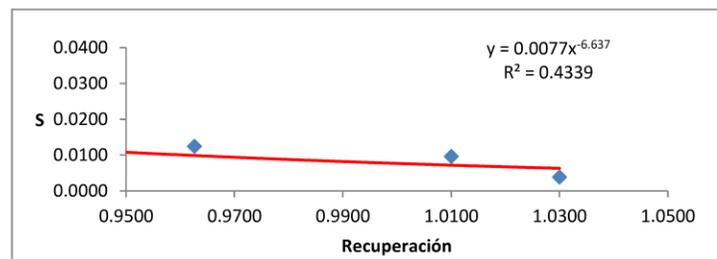
CORRELACION DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR (S) Y LA RECUPERACION (Recup)

$$S = k \text{ Re cup}^p \quad \text{Ln}(S) = \text{Ln}(k) + p \text{ Ln}(\text{Re cup})$$

TABLA RESUMEN

i	Recup.	S	Ln(S)	Ln(Recup)	S predicha
1	0.9150	0.0073	-4.9174	-0.0888	0.0138
2	0.9470	0.0198	-3.9231	-0.0545	0.0110
3	0.8684	0.0202	-3.9043	-0.1412	0.0196
4	0.9626	0.0124	-4.3870	-0.0381	0.0099
5	1.0100	0.0097	-4.6404	0.0099	0.0072
6	1.0300	0.0038	-5.5676	0.0296	0.0063

Ln(k)	-4.8696791	k:	0.007675828
p	-6.636945419		
Coef. Corr	-0.658740176		
R ²	0.4339386		



Recuperación estimada: 0.9840
 Incertidumbre Estándar de la Recuperación 0.0085

Incertidumbre Estándar de la Repetibilidad de todo el proceso analítico

Factor de Repetibilidad = 1
 Incertidumbre estándar de la repetibilidad = 0.05213
 Nivel del analito medido 16.6667 ug/L

Incertidumbre de la Pureza del Estándar Analítico

Pureza 1.000 (Considerando Pureza relativa a la concentración)
 Incertidumbre relativa: 0.010

9.5.5 LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO Y LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

2	2.423
3	2.448
4	2.373
5	2.353
6	2.373
7	2.288
8	2.409

9	2.616		
10	2.272		
11	2.264		
12	2.508		
DES. EST	0.1043	ug/L	
LDM	0.3130	ug/L	Cumple
LCM	1.0435	ug/L	Cumple

CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE EN RESULTADO DE MUESTRA DE RUTINA

LECTURA DE LA MUESTRA

Cantidad de muestra analizada 0.300 mL
 Factor de dilución 1.00000 mL

LECTURA DADA POR EL EQUIPO

Conc. dada por el Equipo 5.0000 ug/L
 Concentración estimada 4.7850
 S Xp Ajuste 0.5089
 S Xp Cal 0.5179
 S Xp Rep 0.096521
 S 0.5179 ug/L
 C 16.67 ug/L
 Factor de dilución adicional 1.0 mL
 ¿Desea corregir el sesgo mediante la recuperación, Si/No? **Si**

Cuadro Resumen

Descripción	X: Medida	S	S/X	S expand	S exp/X %	CV	LCM
Ccal	5.00	0.5179	0.1036	1.0359	20.72		1.04347
P	1.00	0.0100	0.0100	0.0200	2.00		
F Rep	1.00	0.0521	0.0521	0.1043	10.43		
Rec	0.9840	0.0085	0.0087	0.0171	1.74		0
C	16.9383	1.9771	0.1167	3.9542	23.34	5.21	16.6667
LCM	1.0435	ug/L	LDM	0.3130	ug/L		

Reportar: (16.938 ± 3.954) ug/L Decimales 3

La incertidumbre reportada es de tipo expandida con un factor de cobertura de k=2 y un nivel de confianza aproximado del 95%

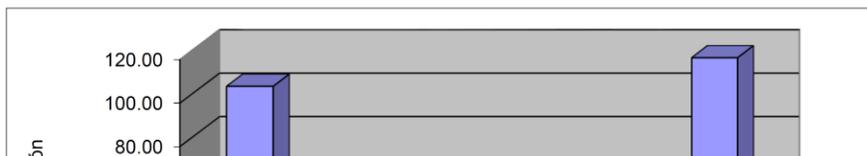
Notas:
 Cumple el requisito de Incertidumbre
 Cumple el requisito de precisión
 Cumple el requisito de Concentración del analito
 Cumple el requisito de Exactitud

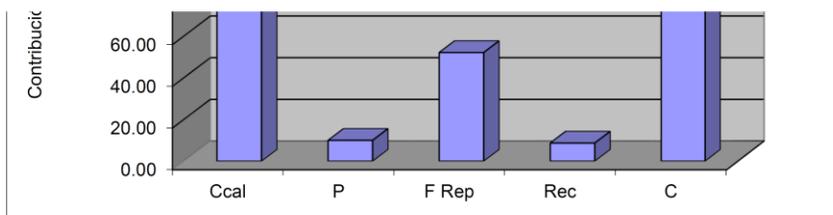
Incert Max 30 %
 CV máximo: 20 %
 Abs. Máx. 19.0261
 0.800 a 1.200

Comparación de incertidumbres

Fuente	X: Medida	S	Contribución
Ccal	5.00	0.5179	103.59
P	1.00	0.0100	10.00
F Rep	1.0	0.0521	52.13
Rec	1.0	0.0085	8.68
C	16.9	1.9771	116.72

GRÁFICO. COMPARACIÓN DE INCERTIDUMBRES





ANEXO Nº 10
Cálculos para suelos

9.5. RESULTADOS

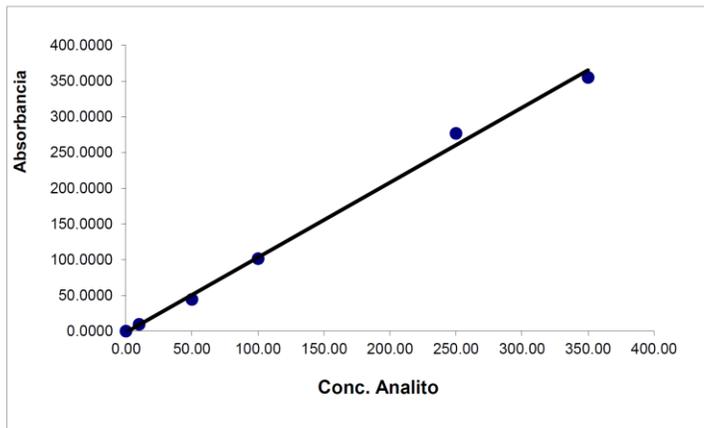
9.5.01 LINEALIDAD

INTERVALO LINEAL

CURVA No. 1 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	concentracion	C. Muest mg/Kg	$(X_i - X_{prom})^2$	Y _{ci}	$(Y_i - Y_{ci})^2$	X_i^2
1	0.00	0.0000	1.5540	16044.4444	-1.6294	2.6550	0.0000
2	10.00	9.3373	10.4620	13611.1111	8.8533	0.2343	100.0000
3	50.0	44.4134	43.9230	5877.7778	50.7841	40.5857	2500.0000
4	100.0	101.4097	98.2940	711.1111	103.1976	3.1965	10000.000
5	250.0	276.6713	265.4860	15211.1111	260.4381	263.5176	62500.000
6	350.0	355.0770	340.2810	49877.7778	365.2651	103.7967	122500.00

Promedio 126.7
 Pendiente 1.04827
 Intercepto -1.62941
 Coef. Det 0.99630



COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DE INTERCEPTO

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_y / x \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t \text{ calculado} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = $[b - (t_{\text{tab}})(S_b) ; b + (t_{\text{tab}})(S_b)]$

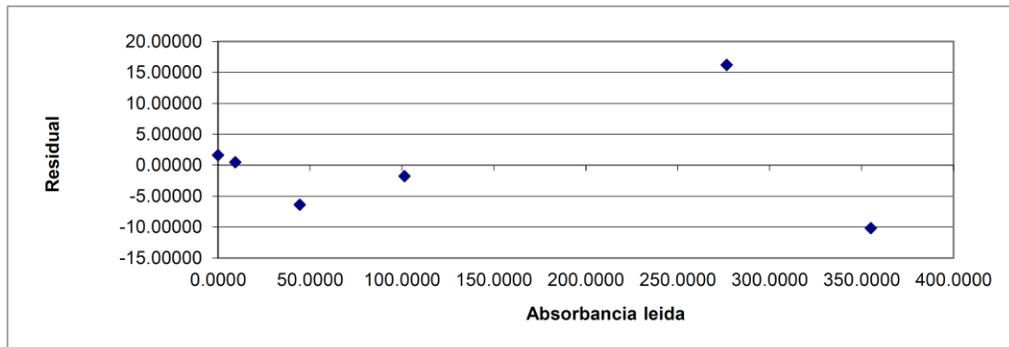
$S^2_{y/x}$	103.4964423	INTERVALO DEL INTERCEPTO
S_{xx}	101333.3333	Lim Inferior
$S_{y/x}$	10.1733201	Lim Superior
S_b	5.7996848	
GL	4	
t calculado	0.280948	
$t_{0.05} (4)$	2.776445	

Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	-1.62941	1.62941	
2	9.3373	8.85329	0.48401	5.32
3	44.4134	50.78409	-6.37069	13.38
4	101.4097	103.19759	-1.78789	1.75
5	276.6713	260.43807	16.23323	6.04
6	355.0770	365.26507	-10.18807	2.83

Yi: Concentración leída
Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
Residual = Yi - Yci

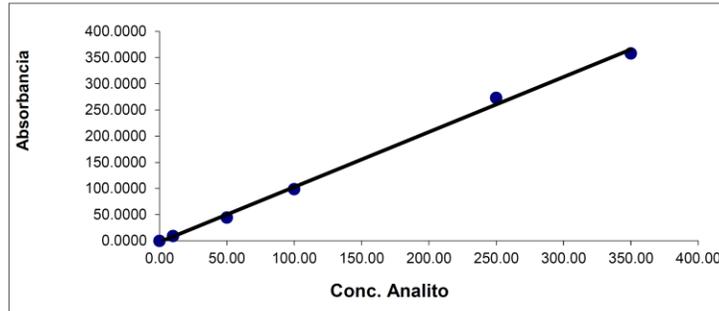


NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 2 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	concentracion	C. Muest	$(X_i - X_{\text{prom}})^2$	Yci	$(Y_i - Y_{ci})^2$	X_i^2
1	0.00	0.0000	2.4110	16044.4444	-2.5371	6.4371	0.0000
2	10.00	9.1110	11.0710	13611.1111	7.9842	1.2696	100.0000
3	50.0	44.7527	44.9460	5877.7778	50.0698	28.2711	2500.0000
4	100.0	98.8042	96.3190	711.1111	102.6767	14.9960	10000.0
5	250.0	273.4187	262.2810	15211.1111	260.4974	166.9603	62500.0
6	350.0	358.3155	342.9710	49877.7778	365.7112	54.6964	122500.00

Promedio 126.7
Pendiente 1.05214
Intercepto -2.53715
Coef. Det 0.99758



COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO

DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t_{\text{calculado}} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = [b - (t tab)(Sb) ; b + (t tab)(Sb)]

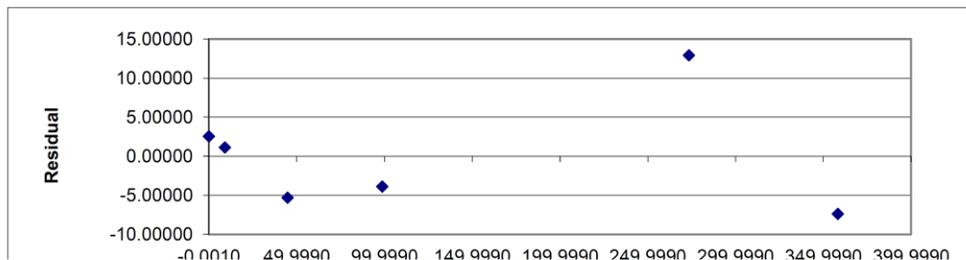
$S^2_{y/x}$	68.157639	INTERVALO DEL INTERCEPTO	
Sxx	101333.33333	Lim Inferior	-15.60451429
Sm	0.025935	Lim Superior	10.53021679
Sy/x	8.255764		
Sb	4.706510		
GL	4		
t calculado	0.539072		
$t_{0.05(4)}$	2.776445		

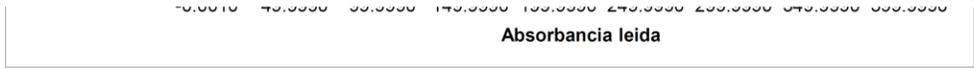
Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	-2.53715	2.53715	
2	9.1110	7.98423	1.12677	13.18
3	44.7527	50.06976	-5.31706	11.21
4	98.8042	102.67667	-3.87247	3.84
5	273.4187	260.49739	12.92131	4.84
6	358.3155	365.71120	-7.39570	2.04

Yi: Concentración leída
Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
Residual = Yi - Yci



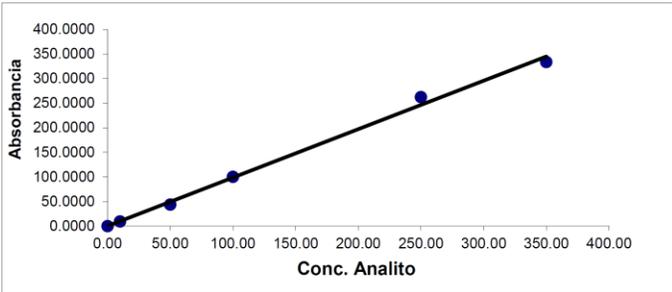


NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 3 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	concentracion	C. Muest	(Xi-Xprom) ²	Yci	(Yi-Yci) ²	Xi ²
1	0.00	0.0000	-0.0810	16044.4444	0.0802	0.0064	0.0000
2	10.00	9.2141	9.2750	13611.1111	9.9286	0.5105	100.0000
3	50.0	43.6434	44.2340	5877.7778	49.3223	32.2504	2500.0000
4	100.0	100.0501	101.5080	711.1111	98.5645	2.2069	10000.00
5	250.0	262.3238	266.2790	15211.1111	246.2911	257.0488	62500.000
6	350.0	333.7307	338.7850	49877.7778	344.7754	121.9858	122500.00

Promedio 126.7
 Pendiente 0.98484
 Intercepto 0.08016
 Coef. Det 0.99581



**COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO
 DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO**

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t \text{ calculado} = \frac{Abs(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = [b - (t tab)(Sb) ; b + (t tab)(Sb)]

S ² v/x	103.502207	INTERVALO DEL INTERCEPTO
Sxx	101333.33333	Lim Inferior -16.02279244
Sy/x	10.173603	Lim Superior 16.18311744
Sb	5.799846	
GL	4	
t calculado	0.013821	
t _{0.05} (4)	2.77644511	

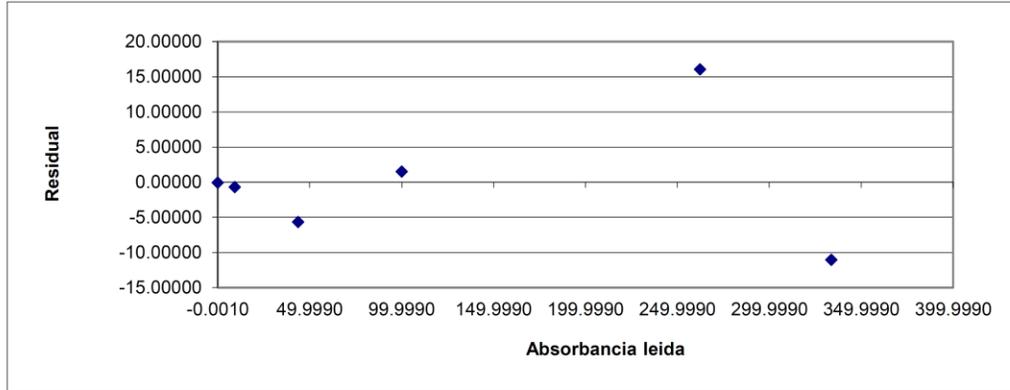
Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
 Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	0.08016	-0.08016	
2	9.2141	9.92860	-0.71450	7.46
3	43.6434	49.32234	-5.67894	12.22
4	100.0501	98.56452	1.48558	1.50

5	262.3238	246.29106	16.03274	6.30
6	333.7307	344.77542	-11.04472	3.26

Yi: Concentración leída
 Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
 Residual = Yi - Yci

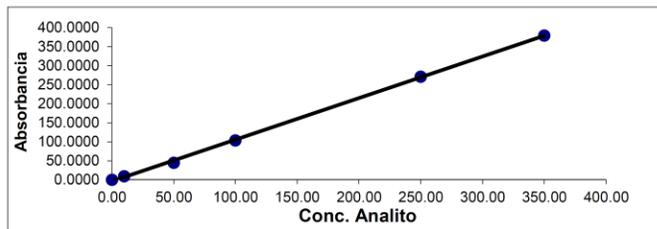


NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

CURVA No. 4 (ANALISTA 1)

Est No.	Conc. µg/L	concentracion	C. Muest	(Xi-Xprom) ²	Yci	(Yi-Yci) ²	Xi ²
1	0.00	0.0000	3.7470	16044.4444	-4.0958	16.7756	0.0000
2	10.00	9.1406	12.1090	13611.1111	6.8356	5.3130	100.0000
3	50.0	44.2698	44.2450	5877.7778	50.5612	39.5815	2500.0000
4	100.0	103.2530	98.2020	711.1111	105.2182	3.8622	#####
5	250.0	270.8043	251.4770	15211.1111	269.1893	2.6081	#####
6	350.0	378.7442	350.2200	49877.7778	378.5033	0.0580	#####

Promedio 126.7
 Pendiente 1.09314
 Intercepto -4.09580
 Coef. Det 0.99944



**COMPARACION DEL INTERCEPTO CON EL VALOR CERO
 DETERMINACION DEL INTERVALO DEL INTERCEPTO**

$$S_{xx} = \sum (X_i - \bar{X})^2 \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2}}$$

$$S_b = S_{y/x} \sqrt{\frac{\sum (X_i)^2}{N S_{xx}}} \quad t \text{ calculado} = \frac{\text{Abs}(b)}{S_b}$$

Intervalo del intercepto = [b - (t tab)(Sb) ; b + (t tab)(Sb)]

S ² v/x	17.049607	INTERVALO DEL INTERCEPTO
Sxx	101333.33333	Lim Inferior -10.63143802
Sy/x	4.129117	Lim Superior 2.439837188
Sb	2.353959	

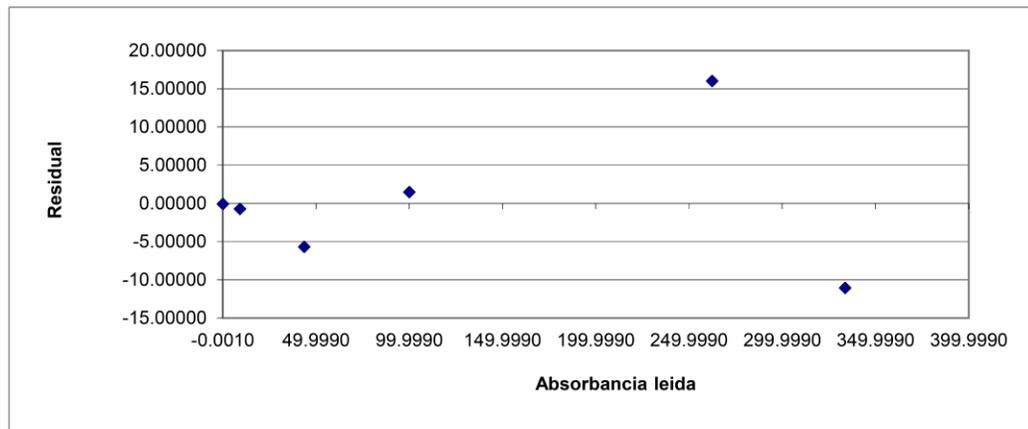
GL 4
 t calculado 1.739963
 t_{0,05} (4) 2.776445

Observación: t calculado no es mayor que t tabulado, por lo que el intervalo de intercepto contiene el valor cero.
Cumple

GRAFICO DE RESIDUALES

Est. No.	Yi	Yci	Residual	% Dif
1	0.0000	-4.09580	4.09580	
2	9.1406	6.83560	2.30500	28.86
3	44.2698	50.56122	-6.29139	13.27
4	103.2530	105.21824	-1.96524	1.89
5	270.8043	269.18930	1.61497	0.60
6	378.7442	378.50334	0.24086	0.06

Yi: Concentración leída
 Yci: Concentración estimada con la curva de calibración
 Residual = Yi - Yci



NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

Máxima respuesta del equipo 378.7442
 Pendiente promedio 1.02842
 Intercepto promedio -1.36213

**9.5.01 LINEALIDAD
 INTERVALO DE TRABAJO**

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DEL BLANCO PREPARADO

Réplica	Conc.	
1	0.7960	Analista 1
2	0.8167	Analista 1
3	0.9545	Analista 1

PREPARACIÓN Y RESULTADOS DE ANÁLISIS DE BLANCOS FORTIFICADOS

NIVEL 1 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE
 Concentración de solución fortificante 20.00 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1 µL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g (Aforado)
 Cantidad de analito adicionada 0.0200 ug
 Concentración esperada 10.000 mg/Kg

Réplica	Conc. Calc
1	8.9708
2	8.4591
3	8.2623

NIVEL 2 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 100.00 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g
 Cantidad de analito adicionada 0.10 ug
 Concentración esperada 50.000 mg/Kg

(Aforado)

Réplica	Conc. Calc
1	44.4134
2	44.7527
3	43.6434

NIVEL 3 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 200.00 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g
 Cantidad de analito adicionada 0.20 ug
 Concentración esperada 100.000 mg/Kg

(Aforado)

Réplica	Conc. Calc
1	117.50830
2	101.4097
3	98.8042

NIVEL 4 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 500.00 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g
 Cantidad de analito adicionada 0.50 ug
 Concentración esperada 250.000 mg/Kg

(Aforado)

Réplica	Conc. Calc
1	276.6713
2	273.4187
3	262.3238

NIVEL 5 (ANALISTA 1)

SOLUCION FORTIFICANTE

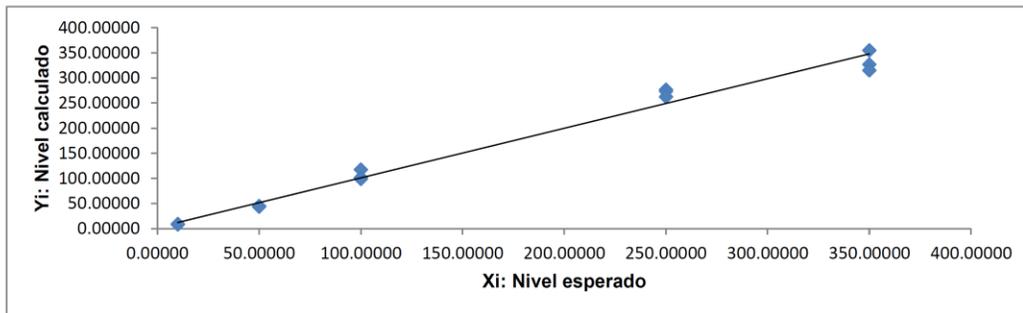
Concentración de solución fortificante 700.00 ug/mL
 Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
 Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g
 Cantidad de analito adicionada 0.70 ug
 Concentración esperada 350.000 mg/Kg

(Aforado)

Réplica	Conc. Calc
1	355.0770
2	326.5454
3	314.8628

CALCULOS RELATIVOS AL INTERVALO DE TRABAJO

Xi: Nivel esperado		Yi: Nivel calculado		Residual =		Xi - Yci	
Yci = m Xi + b		m: pendiente		b: Intercepto			
i	Xi	Yci	(Xi-Yci)	(Xi-Yci) ²	Xi ²	(Xi-Xprom) ²	% Dif Xi, Yci
1	0.00000	0.79600	-0.7960000	0.6336160	0.00000	16098.60559	
2	0.00000	0.81670	-0.8167000	0.6669989	0.00000	16098.60559	
3	0.00000	0.95450	-0.9545000	0.9110703	0.00000	16098.60559	
1	10.00000	8.97080	1.0292000	1.0592526	100.00000	13660.99998	10.85
2	10.00000	8.45910	1.5409000	2.3743728	100.00000	13660.99998	16.70
3	10.00000	8.26230	1.7377000	3.0196013	100.00000	13660.99998	19.03
4	50.00000	44.41340	5.5866000	31.2100996	2500.00000	5910.57754	11.83
5	50.00000	44.75270	5.2473000	27.5341573	2500.00000	5910.57754	11.08
6	50.00000	43.64340	6.3566000	40.4063636	2500.00000	5910.57754	13.58
7	100.00000	117.50830	-17.5083000	306.5405689	10000.00000	722.54948	-16.10
8	100.00000	101.40970	-1.4097000	1.9872541	10000.00000	722.54948	-1.40
9	100.00000	98.80420	1.1958000	1.4299376	10000.00000	722.54948	1.20
10	250.00000	276.67130	-26.6713000	711.3582437	62500.00000	15158.46532	-10.13
11	250.00000	273.41870	-3.4187000	548.4355097	62500.00000	15158.46532	-8.95
12	250.00000	262.32380	-12.3238000	151.8760464	62500.00000	15158.46532	-4.81
13	350.00000	355.07700	-5.0770000	25.7759290	122500.00000	49782.40920	-1.44
14	350.00000	326.54540	23.4546000	550.1182612	122500.00000	49782.40920	6.93
15	350.00000	314.86280	35.1372000	1234.6228238	122500.00000	49782.40920	10.57
Promedio	126.8803						

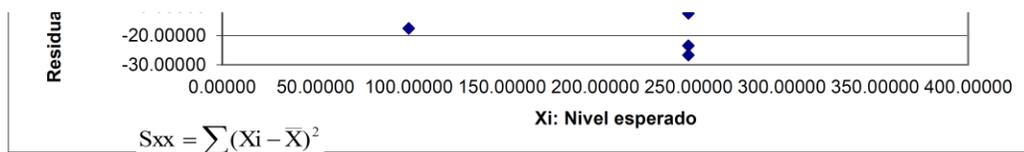


Pendiente 0.980
 Intercepto 2.215
 Coefi. Corr. 0.993 **Cumple**

GRAFICO DE RESIDUALES

Residual = Xi - Yci





NOTA: Se observa distribución aleatoria del residual con respecto a la línea cero

**COMPARACIÓN DE LA PENDIENTE CON EL VALOR UNO.
DETERMINACIÓN DEL INTERVALO DE LA PENDIENTE**

$$S_m = \sqrt{\frac{S^2_{y/x}}{S_{xx}}} \quad S^2_{y/x} = \frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{N - 2} \quad t_{\text{calculado}} = \frac{\text{Abs}(m - 1)}{S_m}$$

Intervalo de la pendiente = $[m - (t_{\text{tab}})(S_m) ; m + (t_{\text{tab}})(S_m)]$

$S^2_{y/x}$	279.8268	INTERVALO DE LA PENDIENTE	
S_{xx}	255705.0046	Lim Inferior	0.880
S_m	0.0331	Lim Superior	1.080
GL	13		
t 0.01 (13)	3.012		
t calculado	0.605		

Observación: t calculado es menor o igual que t tabulado, por lo que el intervalo de la pendiente contiene el valor uno.
Cumple

INTERVALO DE TRABAJO EN MUESTRAS CONSIDERANDO CANTIDAD DE MUESTRA Y DILUCIÓN ANTES ESPECIFICADAS

Límite inferior = LCM 4.2094 mg/Kg
Límite superior para Concentración máxima (378.7442) = 364.5323 mg/Kg

9.5.2 RECUPERACION, EXACTITUD, SESGO

RESULTADOS DEL ANÁLISIS DEL BLANCO NO FORTIFICADO

Réplica	C: mg/Kg	
1	0.7690	Analista 1
2	0.6988	Analista 1
3	0.7383	Analista 1
Promedio	0.7354	

**FORTIFICACIÓN DE LA MUESTRA CONTROL. SE FORTIFICARÁN BLANCOS NO FORTIFICADOS
SOLUCION FORTIFICANTE**

Preparar una solución de Analito con concentración 20.00 ug/mL

NIVEL 1 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 20.00 ug/mL
Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g (Aforo)
Cantidad de analito adicionada 0.02 ug
Concentración esperada 10.000 mg/Kg

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. ug/L	C calc: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	10.7354	9.4023	0.88	87.6	-12.42
2	10.7354	9.1406	0.85	85	-14.86
3	10.7354	9.1102	0.85	84.9	-15.14
Promedio		9.218	0.86	86	-14.14
Desviación Estándar			0.0150	1.50	1.50
Desviación Estándar de la Media			0.0086	0.86	0.86

Repetibilidad como CV	1.01
Incert. estándar de la recuperación:	0.0086 mg/Kg

GL 2
Nivel de Confianza 95 %
t tabulado 4.30265273
Recuperación calculada **0.86** tanto por uno
Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.82 a 0.90]
Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. mg/Kg	C calc: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	10.7354	9.1110	0.85	85	-15.13
2	10.7354	9.2141	0.86	86	-14.17
3	10.7354	9.3373	0.87	87	-13.02
Promedio		9.221	0.86	86	-14.11
Desviación Estándar			0.0106	1.06	1.06
Desviación Estándar de la Media			0.00609	0.609	0.609
Repetibilidad como CV			0.709		
Incert. estándar de la recuperación:			0.00609	mg/Kg	

GL 2
Nivel de Confianza 95 %
t tabulado 4.30265273
Recuperación calculada **0.86** tanto por uno
Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.83 a 0.89]
Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

NIVEL 3 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante 200.00 ug/mL
Cantidad de fortificante adicionado 1 uL
Cant de Muestra Fortificada Resultante 0.0020 g
Cantidad de analito adicionada 0.20 ug
Concentración adicionada 100.000 mg/Kg

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. mg/Kg	C calc: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	100.7354	98.0907	0.974	97.4	-2.6
2	100.7354	105.8858	1.051	105.1	5.1
3	100.7354	101.3368	1.006	100.6	0.6
4	100.7354	85.0643	0.844	84.4	-15.6
5	100.7354	82.9815	0.824	82.4	-17.6
6	100.7354	96.2435	0.955	95.5	-4.5
Promedio		94.934	0.942	94.2	-5.8
Desviación Estándar			0.0902	9.02	9.02
Desviación Estándar de la Media			0.0368	3.68	3.68
Repetibilidad como CV			3.91		
Incert. estándar de la recuperación:			0.03683	mg/Kg	

GL 5
Nivel de Confianza 95 %
t tabulado 2.570581836
Recuperación calculada **0.94** tanto por uno
Intervalo de Confianza de la Recuperación: [0.85 a 1.04]
Conclusión **Se Cumple el requisito de Recuperación**

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. mg/Kg	C: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	100.7354	117.5083	1.167	116.7	16.65
2	100.7354	101.4097	1.007	100.7	0.67
3	100.7354	98.8042	0.981	98.1	-1.92
4	100.7354	100.0501	0.993	99.3	-0.68
5	100.7354	103.2530	1.025	102.5	2.50
6	100.7354	102.8161	1.021	102.1	2.1
Promedio		104.443	1.032	103.2	3.21
Desviación Estándar			0.0679	6.79	6.79
Desviación Estándar de la Media			0.0277	2.77	2.77
Repetibilidad como CV			2.68		

Incert. estándar de la recuperación:	0.0277	mg/Kg			
GL	5				
Nivel de Confianza	95	%			
t tabulado	2.570581836				
Recuperación calculada	1.03	tanto por uno			
Intervalo de Confianza de la Recuperación:	[0.96	a		1.10]
Conclusión	Se Cumple el requisito de Recuperación				

NIVEL 5 (ANALISTA 1, ANALISTA 2)

SOLUCION FORTIFICANTE

Concentración de solución fortificante	700.00 ug/mL
Cantidad de fortificante adicionado	1 uL
Cant de Muestra Fortificada Resultante	0.0020 L
Cantidad de analito adicionada	0.70 ug
Concentración adicionada	350.000 mg/Kg

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 2)

Réplica	C esp. ug/L	C calc: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	350.7354	378.7442	1.080	108.0	7.99
2	350.7354	358.3155	1.022	102.2	2.16
3	350.7354	333.7307	0.952	95.2	-4.8
Promedio		356.930	1.018	101.8	1.8
Desviación Estándar			0.0643	6.43	6.43
Desviación Estándar de la Media			0.0371	3.71	3.71
Repetibilidad como CV			3.65		
Incert. estándar de la recuperación:			0.0371	mg/Kg	

GL	2				
Nivel de Confianza	95	%			
t tabulado	4.30265273				
Recuperación calculada	1.02	tanto por uno			
Intervalo de Confianza de la Recuperación:	[0.86	a		1.18]
Conclusión	Se Cumple el requisito de Recuperación				

RESULTADOS DEL ANALISIS (ANALISTA 1)

Réplica	C esp. mg/Kg	C calc: mg/Kg	Recup	Exactitud	Sesgo
1	350.7354	314.8628	0.898	89.8	-10.23
2	350.7354	355.0770	1.012	101.2	1.24
3	350.7354	326.5454	0.931	93.1	-6.90
Promedio		332.162	0.940	94.7	-5.29
Desviación Estándar			0.05898	5.898	5.898
Desviación Estándar de la Media			0.03405	3.405	3.405
Repetibilidad como CV			3.623		
Incert. estándar de la recuperación:			0.03405	mg/Kg	

GL	2				
Nivel de Confianza	95	%			
t tabulado	4.30265273				
Recuperación calculada	0.94	tanto por uno			
Intervalo de Confianza de la Recuperación:	[0.79	a		1.09]
Conclusión	Se Cumple el requisito de Recuperación				

CORRELACION DE LA RECUPERACION Y NIVEL MEDIDO

$$Re\ c = k \text{ Nivel}^p \quad \ln(Re\ c.) = \ln(k) + p \ln(\text{Nivel})$$

TABLA RESUMEN

i	Nivel	Rec. Calc.	Ln(Rec. Calc.)	Ln(Nivel)	Rec. Pred.
1	9.2177	0.8586	-0.1524	2.2211	0.8680
2	9.2208	0.8589	-0.1521	2.2215	0.8680
3	94.9338	0.9424	-0.0593	4.5532	0.9515
4	104.4431	1.0321	0.0316	4.6486	0.9551
5	356.9301	1.0177	0.0175	5.8775	1.0025
6	332.1617	0.9400	-0.0619	5.8056	0.9997

Ln(k) -0.229098783 k 0.795249973

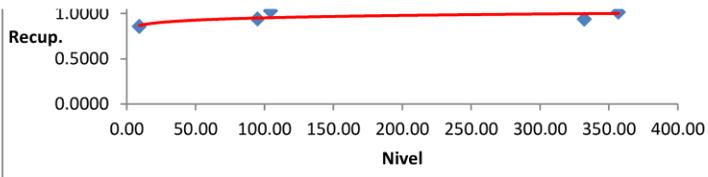
p 0.039405586

Coef. Corr 0.818673196

R² 0.670225802

$$y = 0.7952x^{0.0394}$$

$$R^2 = 0.6702$$



9.5.3 REPETIBILIDAD Y PRECISIÓN INTERMEDIA

REPETIBILIDAD

NIVEL 1:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: mg/Kg

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	8.4904	8.9708	
2	9.1406	8.4591	
3	9.1102	9.3373	
4	8.6207	8.2623	
5	8.2488	9.1110	
6	9.4023	9.2141	
Promedio	8.8355	8.8924	8.864
Varianza	0.199852	0.19	0.193939
Repetibilidad	2.07	1.99	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 0.44 mg/Kg
Precisión: 100*Sx/Prom 4.97 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.0497

NIVEL 3:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: mg/Kg

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	105.8858	117.5083	
2	101.3368	101.4097	
3	85.0643	98.8042	
4	82.9815	100.0501	
5	102.8161	103.2530	
6	96.1267	98.0907	
Promedio	95.7019	103.1860	99.444
Varianza	92.244665	52.656826	72.450745
Repetibilidad	4.10	2.87	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 8.51 mg/Kg
Precisión: 100*Sx/Prom 8.56 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.0856

NIVEL 5:

Concentraciones obtenidas en blanco fortificado: mg/Kg

Réplica	Analista 2	Analista 1	Promedio
1	284.5136	396.6369	
2	358.3155	355.0770	
3	394.2050	326.5454	
4	333.7307	314.8628	
5	378.7442	299.0109	
6	380.2235	296.3481	
Promedio	354.9554	331.4135	343.184
Varianza	1633.748067	1478.237594	1555.992830
Repetibilidad	4.649	4.736	
Observación	Cumple	Cumple	

Desv.Est.de la Media 39.45 mg/Kg
Precisión: 100*Sx/Prom 11.49 % **Observación: Cumple**
 Incertidumbre en la precisión: 0.1149

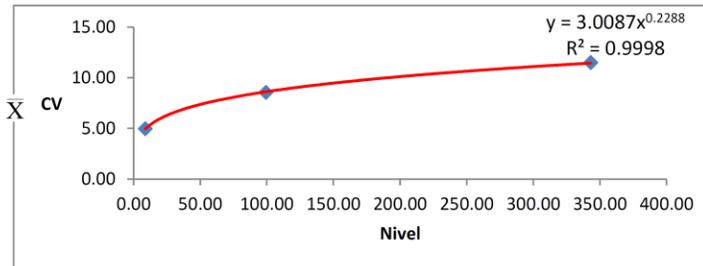
CORRELACION DE CV Y NIVEL DE ANALITO

$$CV = k \text{ Nivel}^p \quad \ln(CV) = \ln(k) + p \ln(\text{Nivel})$$

TABLA RESUMEN

i	Nivel	CV calc	Ln(CV)	Ln(Nivel)	CV predicho
1	8.8640	4.97	1.6031	2.1820	4.96
2	99.4439	8.56	2.1470	4.5996	8.62
3	343.1845	11.49	2.4418	5.8383	11.44

Ln(k) 1.101506917 k 3.008696465
 p 0.22879945
 Coef. Corr 0.999899094
 R² 0.9997982



**PRECISIÓN INTERMEDIA COMO CV
 ANÁLISIS DE VARIANZA DE LOS RESULTADOS**

$$CV = \frac{\sqrt{CMd + CMe}}{\bar{X}} 100$$

CMd: Varianza dentro de grupos
CMe Varianza entre grupos
 Promedio de todos los datos

Réplica	Analista 2	Analista 1	Sumatoria
1	8.4904	8.9708	
2	9.1406	8.4591	
3	9.1102	9.3373	
4	8.6207	8.2623	
5	8.2488	9.1110	
6	9.4023	9.2141	
Prom	8.836	8.892	
Varianza	0.199852	0.188027	
Suma Gi	53.013	53.355	106.368
(Suma Gi) ²	2810.378	2846.713	5657.092

Xij²

Réplica	Analista 2	Analista 1
1	72.08689	80.47525
2	83.55057	71.55637
3	82.99574	87.18517
4	74.31647	68.26560
5	68.04270	83.01032
6	88.40325	84.89964

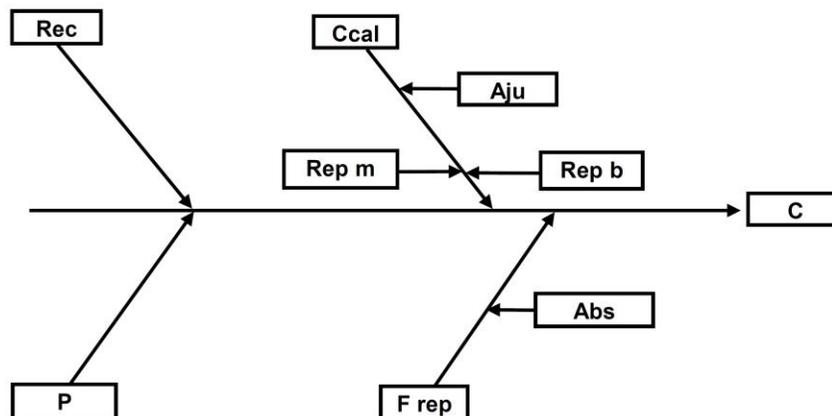
a = 2 b = 6
 Suma Xij = 106.37 (Suma Xij)² = 11314.06633
 Suma Xij² = 944.8 Sctotal = 1.95
 SCe = 0.009724213 SCd = 1.94
 GLe 1 GLd 10
 CMe 0.01 CMd 0.19
 α = 0.050 **F calculado 0.050**
 F Tab = F(α, GLe, GLd) = F(0.05, 1, 10) = **4.965**
PRECISIÓN INTERMEDIA: CV = 5.09 Cumple

9.5.4 ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE
DEFINICIÓN DEL MENSURANDO

$$C = \frac{(C_{cal})(P)(F_{rep})}{(Re\ c)} \qquad C_{cal} = \frac{(Abs - b)}{m}$$

- C : Concentración del analito en muestra dada en unidades de mg/Kg
- Ccal Concentración del analito dada por la curva de calibración
- P Pureza del estándar analítico en tanto por uno
- Frep : Factor de repetibilidad de todo el proceso analítico
- Rec : Recuperación del analito expresada en tanto por uno
- b : Intercepto de la curva de calibración
- m : Pendiente de la curva de calibración
- Abs Concentración
- Rep m : Repetibilidad de la pendiente
- Rep b : Repetibilidad del intercepto b
- Cal : Calibración
- Temp : Temperatura
- Aju : Ajuste de la Curva de Calibración

FUENTES DE INCERTIDUMBRE



CUANTIFICACIÓN DE LOS COMPONENTES DE LA INCERTIDUMBRE

Cantidad de muestra analizada: 0.0
 Factor de dilución Fd: 1.00

Estimación de la Incertidumbre en Ccal

Estimación de la Incert. Est. por repetibilidad de la pendiente m y repetibilidad del intercepto b

Replica	Pendiente	Intercepto
1	1.04827	-1.62941
2	1.05214	-2.53715
3	0.98484	0.08016

4	1.09314	-4.09580
Promedio	1.04460	-2.04555
Desv. Est.	0.02236	0.87259
CV	2.14012	42.658

Incertidumbre estándar de la pendiente por repetibilidad =
 Incertidumbre estándar del intercepto por repetibilidad =

0.02236
 0.87259

Estimación de la Incertidumbre Estándar de Xp por repetibilidad de m y b

$$S_{Xp \text{ Rep } m, b} = \frac{y - b}{m} \sqrt{\left(\frac{S_b}{Y - b}\right)^2 + \left(\frac{S_m}{m}\right)^2}$$

Est. No.	Xi o Xpi	Yi	SXp Rep	Incert. Exp Rel. %
1	0.0000	0.0000	0.83639	Infinito
2	10.0000	9.3373	0.86728	17.35
3	50.0000	44.4134	1.26640	5.07
4	100.0000	101.4097	2.27821	4.56
5	250.0000	276.6713	5.77098	4.62
6	350.0000	355.0770	7.36407	4.21

Estimación de la Incertidumbre Estándar de Xp por Ajuste Imperfecto de la Curva de Calibración (SXp Aju)

$$S_{Xp \text{ Aju}} = \sqrt{\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{n-2} \left(1 + \frac{1}{n} + \frac{(X_p - \bar{X}_i)^2}{\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n}}\right)} \quad (\text{Tomado de Eurachem-Citac Guide 2000})$$

- Xp : Valor de la concentración de analito dado por la curva de calibración.
- SXp: Incertidumbre Estándar del parámetro Xp estimado por la curva de calibración
- Yi: Valores de Concentración del Analito, encontrados experimentalmente
- Yci: Valores de Concentración s del Analito, calculados por la curva de calibración
- n: Cantidad de pares ordenados
- m: Pendiente de la Curva de Calibración
- \bar{X}_i : Promedio de concentración de analito

Est No.	Xi	Yi	Yci	(Yi-Yci) ²	Xi ²
1	0.0000	0.00	-2.05	4.18	0.0
2	10.0000	9.20	8.40	0.64	100.0
3	50.0000	44.27	50.18	34.98	2500.0
4	100.0000	100.88	102.41	2.36	10000.0
5	250.0000	270.80	259.10	136.90	62500.0
6	350.0000	356.47	363.56	50.37	122500.0
SUMA	760.0000			229.43	197600.0
PROMEDIO	126.6667				

$$\frac{\sum (Y_i - Y_{ci})^2}{n-2} = \frac{229.43}{6-2} = 52.564819$$

$$\sum X_i^2 - \frac{(\sum X_i)^2}{n} = 101333.3$$

$$1 + \frac{1}{n} = 1.166666667$$

Incertidumbres Estándar por Ajuste Imperfecto, estimadas para cada Xi

Est. No.	Xi o Xpi	SXp Aju	Incert. Exp Rel. %
----------	----------	---------	--------------------

1	0.0000	8.346	Infinito
2	10.0000	8.270	165.4
3	50.0000	8.023	32.1
4	100.0000	7.855	15.7
5	250.0000	8.320	6.7
6	350.0000	9.338	5.3

Incertidumbres Estándar en la calibración = S cal

$$S_{Xp \text{ cal}} = \sqrt{S^2_{Xp \text{ Rep } m, b} + S^2_{Xp \text{ Aju}}}$$

Est. No.	Xp	SXp Rep	SXp Aju	S Xp Cal	Incert. Exp Rel. %
1	0.0000	0.83639	8.346	8.387	Infinito
2	10.0000	0.86728	8.270	8.315	166.3
3	50.0000	1.26640	8.023	8.123	32.5
4	100.0000	2.27821	7.855	8.178	16.4
5	250.0000	5.77098	8.320	10.125	8.1
6	350.0000	7.36407	9.338	11.892	6.8

Incertidumbre Estándar de la Recuperación

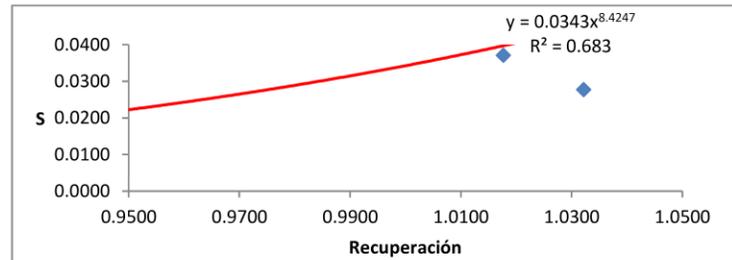
CORRELACION DE LA INCERTIDUMBRE ESTANDAR (S) Y LA RECUPERACION (Recup)

$$S = k \text{ Re cup}^p \quad \text{Ln}(S) = \text{Ln}(k) + p \text{ Ln}(\text{Re cup})$$

TABLA RESUMEN

i	Recup.	S	Ln(S)	Ln(Recup)	S predicha
1	0.8586	0.0086	-4.7518	-0.1524	0.0095
2	0.8589	0.0061	-5.1006	-0.1521	0.0095
3	0.9424	0.0368	-3.3015	-0.0593	0.0208
4	1.0321	0.0277	-3.5860	0.0316	0.0447
5	1.0177	0.0371	-3.2941	0.0175	0.0397
6	0.9400	0.0341	-3.3798	-0.0619	0.0203

Ln(k) -3.373579337 k: 0.034266765
p 8.424741182
Coef. Corr 0.826442959
R² 0.6830080



Recuperación estimada: 1.0017
Incertidumbre Estándar de la Recuperación 0.0348

Incertidumbre Estándar de la Repetibilidad de todo el proceso analítico

Factor de Repetibilidad = 1
Incertidumbre estándar de la repetibilidad = 0.11494
Nivel del analito medido 350.0000 mg/Kg

Incertidumbre de la Pureza del Estándar Analítico

Pureza 1.000 (Considerando Pureza relativa a la concentración)
 Incertidumbre relativa: 0.010

9.5.5 LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO Y LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO

2	7.603
3	8.482
4	7.407
5	8.255
6	8.358
7	7.635
8	8.285
9	8.254
10	7.765
11	7.393
12	8.547

DESV. EST	0.4209	ug/L	
LDM	1.2628	ug/L	Cumple
LCM	4.2094	ug/L	Cumple

CÁLCULO DE LA INCERTIDUMBRE EN RESULTADO DE MUESTRA DE RUTINA

LECTURA DE LA MUESTRA

Cantidad de muestra analizada 1.0000
 Factor de dilución 1.00000

LECTURA DADA POR EL EQUIPO

Conc. dada por el Equipo 350.0000 mg/Kg
 Concentración estimada 363.5638
 S Xp Ajuste 9.3380 S Xp Rep 7.536849
 S 12.0001 mg/Kg S Xp Cal 12.0001
 C 350.00 mg/Kg
 Factor de dilución adicional 1.0 mL
 ¿Desea corregir el sesgo mediante la recuperación, Si/No? **Si**

Cuadro Resumen

Descripción	X: Medida	S	S/X	S expand	S exp/X %	CV	LCM
Ccal	350.00	12.0001	0.0343	24.0002	6.86		4.20942
P	1.00	0.0100	0.0100	0.0200	2.00		
F Rep	1.00	0.1149	0.1149	0.2299	22.99		
Rec	1.0017	0.0348	0.0347	0.0695	6.94		0
C	349.3927	43.7661	0.1253	87.5323	25.05	11.49	350.0000
LCM	4.2094	mg/Kg	LDM	1.2628	mg/Kg		

Reportar: (349.393 ± 87.532) mg/Kg Decimales 3

La incertidumbre reportada es de tipo expandida con un factor de cobertura de k=2 y un nivel de confianza aproximado del 95%

Notas: **Cumple el requisito de Incertidumbre** Incert Max 30 %
Cumple el requisito de precisión CV máximo: 20 %
Cumple el requisito de concentración del analito Abs. Máx. 378.7442
Cumple el requisito de Exactitud 0.800 a 1.200

Comparación de incertidumbres

Fuente	X: Medida	S	Contribución
Ccal	350.00	12.0001	34.29
P	1.00	0.0100	10.00
F Rep	1.0	0.1149	114.94
Rec	1.0	0.0348	34.71

C	349.4	43.7661	125.26
---	-------	---------	--------

GRÁFICO. COMPARACIÓN DE INCERTIDUMBRES

