

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**



Universidad de El Salvador
Hacia la libertad por la cultura

**ESTUDIO PRELIMINAR DE RESIDUOS METÁLICOS EXTRAÍDOS EN
OLLAS Y SARTENES DE ALUMINIO. DETERMINADOS POR LOS
MÉTODOS DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL Y
ABSORCIÓN ATÓMICA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN PRESENTADO POR:

WILFREDO ROBERTO BELTETÓN MARTÍNEZ

MERCEDES EVELYN OLIVA PEREZ

JAQUELIN GUADALUPE S BRIAN CARBALLO

16 DE FEBRERO
DE 1841

PARA OPTAR AL GRADO DE

LICENCIATURA EN QUÍMICA Y FARMACIA

DICIEMBRE DE 2007

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA



©2004, DERECHOS RESERVADOS

Prohibida la reproducción total o parcial de este documento,
sin la autorización escrita de la Universidad de El Salvador

<http://virtual.ues.edu.sv/>

SISTEMA BIBLIOTECARIO, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

Rector

MSc. Rufino Quezada Sánchez

Secretario General

Lic. Douglas Vladimir Alfaro Chávez

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

Decano

Lic. Salvador Castillo Arévalo

Secretaria

Licda. Morena Lizette Martínez de Díaz

COMITÉ DE TRABAJOS DE GRADUACIÓN

Coordinadora General

Licda. Maria Concepción Odette Rauda Acevedo

Asesora de Área de Gestión Ambiental: Calidad Ambiental

Licda. Cecilia Haydeé Gallardo de Velásquez

Asesora de Área de Control de Calidad de Productos Farmacéuticos, Cosméticos y Veterinarios

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

Docentes Directores

Licda. Rhina Antonieta Toledo

Licda. Maria Luisa Ortiz de López

Ing. Luis Ramón Portillo

AGRADECIMIENTOS

A Dios Todopoderoso por permitirnos cumplir una de las metas más importantes de nuestra vida.

A nuestros docentes directores: Lic. Rhina Antonieta Toledo, Ing. Ramón Portillo y Lic. María Luisa de López, por brindarnos su apoyo, confianza y orientación a lo largo de todo este trabajo de graduación.

Al comité de graduación por su paciencia y consejos en la realización de esta investigación:

Licda. María Concepción Odette Rauda.

MSc. Rocío Ruano de Sandoval

Licda. Cecilia Gallardo de Velásquez.

Al nuestro asesor técnico: Lic. Julio Payes, por toda la ayuda brindada para el desarrollo de nuestra investigación

Al personal del Laboratorio de Control de Calidad del Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social, la Directora: Licda. Evelyn Dinora Arteaga de Molina y el Licenciado Reynaldo Alvarenga, por su colaboración para desarrollar los análisis.

Bendiciones para todos

DEDICATORIA

A Dios todo poderoso y a la Virgen Santísima por prestarme salud y energías para culminar esta ardua tarea.

A mis padres, Graciela Martínez de Beltetón, Wilfredo Ernesto Beltetón y a mi abuelita Graciela Allen de Martínez, gracias por su apoyo y sacrificio que me han llevado a donde estoy ahora y por su gran amor que me ha hecho la persona que soy. Mi triunfo es el de ustedes, ¡los amo!

A mi abuelo que fue mi primer maestro. A mi hermano que su espíritu, su bondad y su sentido del humor y su música sigan tocando mi vida.

A mi novia Sara (la goida) por su apoyo, su compañía y su tierno amor que ha llenado de alegría a mi corazón y a mi vida.

A mis compañeras de tesis, Jaquelin y la menche, por su espíritu de investigación, la confianza, amistad y esfuerzo para la culminación de nuestro trabajo de investigación.

A todos los docentes y asesores que me dieron parte de su vida y de sus conocimientos, para poder dar vida a mis ilusiones de niño, que hoy se hacen realidad.

A mis parientes y amigos que siempre me han acompañado en las buenas, en las buenísimas y en las malas, que Dios los bendiga.

“Al Mago, quien después de haberme dicho que los dragones no existían me condujo a su cueva” Me dijo que no existían, para que cuando entrara a la cueva, creyera lo imposible...

Wilfredo Roberto Beltetón

DEDICATORIA

A Dios Todo Poderoso y la Virgen Santísima por darme toda la sabiduría y fortaleza para desarrollar mi carrera y culminarla.

A mis padres, Guadalupe Carballo de Sibrián y José Alfredo Sibrián Rivera (De quien su espíritu y consejos siguen conmigo), por su sacrificio tan grande y por enseñarme a ser perseverante e inspirarme a lograr mis metas.

A mi hermana Rocío y su esposo Helman, quienes me han apoyado incondicionalmente durante los últimos años de mi carrera y por haberme estimulado continuamente para alcanzar esta meta.

A mis hermanos: Patricia y Alfredo, por apoyarme en todo momento y principalmente por tener la confianza en mí en el desempeño de todas mis metas.

A mi Tío Nelson y su familia por sus palabras de apoyo y confianza.

A mis abuelitos Adela y Sebastián, por su confianza y inspiración.

A mi novio Atilio José, por apoyarme e impulsarme constantemente para lograr esta meta.

A todos mis amigos y familiares que de una forma u otra me impulsaron a cumplir esta meta. Gracias.

Jaquelin Sibrián

DEDICATORIA

Dedico mi triunfo a Dios todo poderoso quien fue ayuda idónea en todo momento para culminar mi carrera.

A mi madre Nicolasa, la más grande mujer que me dio su inmenso amor, apoyo incondicional, comprensión y confianza en cada decisión a tomar y por enseñarme que debemos tener la fortaleza de continuar hacia adelante no importando las circunstancias que la vida nos presenta

A mi hermano Edwin que estando lejos apoyo siempre mis decisiones y me impulso a triunfar.

A mis abuelitos Alberta y Pedro quienes fueron y son mi inspiración para alcanzar todas mis metas y enorgullecer a mi familia.

A mi tío Alejandro por su aporte intelectual, moral y económico; a mis tías Antonia, Margarita y Tomasita por todas sus oraciones, consejos y por cuidarme a cada momento. Yo se que sus oraciones fueron escuchadas.

A mis tíos Jesús, Eladio y Vicente que aun estando lejos me apoyaron siempre dando frases de aliento y perseverancia.

A todas las personas que conocí en el transcurso de mis estudios a quienes ahora puedo llamar amigos y que compartí los mejores momentos de alegría.

A todos les dedico mi triunfo desde lo más profundo de mi corazón.

Mercedes Evelyn Oliva Pérez

ÍNDICE

	Pág.
RESUMEN	
CAPÍTULO	
I. INTRODUCCIÓN.	xix
II. OBJETIVOS.	21
2.1 Objetivo General.	22
2.2 Objetivos Específicos.	22
III. MARCO TEÓRICO	23
3.1 Generalidades	24
3.2 Toxicología Relacionada con Aluminio	25
3.2.1 Toxicocinética del Aluminio	27
3.2.2 Mecanismo de Acción Fisiológico del Aluminio	27
3.2.3 Niveles de Toxicidad del Aluminio	28
3.2.4 Síntomas de Contaminación por Aluminio	28

3.3 Toxicología Relacionada con Plomo	29
3.3.1 Toxicocinética del Plomo	29
3.3.2 Mecanismo de Acción Fisiológico del Plomo	30
3.3.3 Efectos en el organismo	31
3.3.4 Niveles de Toxicidad del Plomo	31
3.4 Método de Rayos X por Reflexión Total	32
3.5 Método de Digestión por Microondas	36
3.6 Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica	37
IV. DISEÑO METODOLOGICO	40
4.1 Tipo de Estudio	41
4.2 Investigación Bibliográfica	41
4.3 Investigación de Campo	41
4.3.1 Universo	41
4.3.2 Muestra	42
4.3.3 Definiciones	45

4.4 Investigación Experimental	46
4.4.1 Obtención de Extractos	46
4.4.1.1 Técnica para la obtención de extractos acuosos de las ollas	46
4.4.1.2 Técnica para la obtención de extractos oleosos de las sartenes	47
4.4.2 Identificación de los extractos	51
4.4.3 Pruebas Cualitativas para la identificación de aluminio y plomo en extractos acuosos y digestados	52
4.4.4 Análisis Cuantitativo de Aluminio y Plomo mediante el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total	55
4.4.5 Metodologías Modificadas para la obtención de extractos sólidos	537
4.4.6 Análisis Cuantitativo de Aluminio por el Método Alternativo de Espectrofotometría de Absorción Atómica	65

V.	RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS	67
5.1	Resultados de Ollas de Aluminio	68
5.1.1	Obtención de Extractos Sólidos	68
5.1.2	Identificación de aluminio y plomo en extractos sólidos	72
5.1.3	Análisis por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total de extractos sólidos	74
5.1.4	Variación en metodología de extracción	80
5.2	Resultados de Sartenes de Aluminio	88
5.2.1	Obtención de Extractos Oleosos y Digestados	88
5.2.2	Identificación de aluminio y plomo	89
5.2.3	Análisis por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total de extractos digestados	92
5.3	Resultados de de Análisis de Espectrofotometría de Absorción Atómica	97
VI.	CONCLUSIONES	105
VII.	RECOMENDACIONES	108
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE CUADROS

CUADRO No.	Página
1. Especificaciones de Muestras de ollas y sartenes	42
2. Resumen de muestras utilizadas y criterios para la selección de los tiempos de cocción	68
3. Resumen explicativo de la obtención de extractos acuosos y sólidos de las muestras de ollas de aluminio,	69
4. Listado de códigos y pesos de los Extractos Sólidos obtenidos de ollas de aluminio.	69
5. Resultados de las pruebas de Identificación de Aluminio y Plomo en los Extractos Sólidos de Ollas de Aluminio	72
6. Resultados de análisis de extractos sólidos de ollas de aluminio por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total	74
7. Extractos sólidos resultantes por variación en la metodología de extracción.	80
8. Resumen de muestras utilizadas y criterios para la selección de los tiempos de cocción	88
9. Resumen explicativo de la obtención de extractos oleosos y digeridos de las muestras de sartenes de aluminio,	89

10. Resultados de las pruebas de Identificación de Aluminio y Plomo en los Extractos digestados de sartenes de Aluminio	90
11. Resultados de análisis de extractos digestados de sartenes de aluminio por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total	92
12. Tabulación de Resultados de Análisis de Extractos Sólidos por Espectrofotometría de Absorción Atómica	98
13. Resultados concentraciones obtenidas por análisis de Espectrofotometría de Absorción Atómica	99
14. Resultados de las concentraciones por litro de agua obtenidas por Espectrofotometría de Absorción Atómica por litro de agua	99

ÍNDICE DE FIGURAS

FIGURA No.		Página
1.	Ilustración del efecto de excitación del átomo por fuente de radiación	33
2.	Ilustración de las transiciones posibles en la excitación de los átomos	34
3.	Esquema explicativo de los parámetros que se visualizan en el espectro resultante de la lectura de los extractos de ollas y sartenes por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total.	35
4.	Esquema de procesos que ocurren durante la atomización	39
5.	Espectro de extracto sólido código ALS-N30E1	75
6.	Espectro de extracto sólido código ALS-N60E1	76
7.	Espectro de extracto sólido código ALS-N120E1	77
8.	Espectro de extracto sólido código ALC-N120E2	78
9.	Espectro de estándar de aluminio 1000 ppm	79
10.	Espectro de extracto sólido código ALS-N120E3	81
11.	Espectro de extracto sólido código ALS-U120E3	82
12.	Espectro de extracto sólido código ALC-N120E3	83
13.	Espectro de extracto sólido código ALS-U60E3	84
14.	Espectro de extracto sólido código ALC-U60E3	85
15.	Espectro de extracto sólido código ALC-N60E3	86
16.	Espectro de extracto digestado código ALS-U15E1	94
17.	Espectro de extracto digestado código ALS-N15E1	95
18.	Espectro de extracto digestado código ALC-U15E1	96

INDICE DE ANEXOS

ANEXO No.

1. Tabla de Energías de Emisión de Rayos X (Kev)
2. Material y equipo utilizado en obtención de extractos.
3. Figura No 19: Equipo de Digestión por Microondas y sus componentes
4. Parámetros propuestos por el fabricante para la Digestión por Microonda de Extractos oleosos
5. Parámetros finales del equipo aplicados para la Digestión por Microonda de Extractos oleosos
6. Certificado de Análisis de solución estándar de Aluminio 1000 mg/mL
7. Certificado de Análisis de Agua de Estuario para Metales en trazas
8. Material y equipo utilizado en la determinación de Aluminio por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total
9. Figura No 24: Ilustración del Espectrofotómetro de Rayos X
10. Material y equipo utilizado en la determinación de Aluminio por el Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica
11. Preparación de curva de calibración de Aluminio para el análisis por el Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica
12. Figura No 26: Espectrofotómetro de Absorción Atómica
13. Resultados del análisis de extractos sólidos por Espectrofotometría de Absorción Atómica
14. Criterios de Calidad del agua potable según OMS
15. Preparación de Reactivos
16. Requisitos de Calidad Físico-Químicos del agua potable según Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04

ABREVIATURAS

%	: Porcentaje
μL	: Microlitros
Al	: Aluminio
ALCAM	: Aluminios de Centro América
ALINTER	: Aluminios Internacionales
ALSASA	: Aluminios de El Salvador
Am	: Americio
Cd	: Cadmio
Cu	: Cobre
dL	: Decilitros
Fe	: Hierro
g	: gramos
HCl	: Acido Clorhídrico
Hg	: Mercurio
HNO ₃ []	: Ácido Nítrico Concentrado
HPLC	: Cromatografía Líquida de Alta Resolución
Kg	: Kilogramo
L	: Litro
mg	: miligramo
mL	: mililitro
nm	: nanómetro
NSO	: Norma Salvadoreña Obligatoria
°C	: Grados Centígrados
OMS	: Organización Mundial de la Salud
p/v	: peso sobre volumen
Pb	: plomo
pH	: Potencial de Hidrógeno
ppm	: Parte por millón
Se	: Selenio
TXRF	: Técnica de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total
v/v	: Volúmen sobre volumen
Zn	: Cinc

RESUMEN

Diariamente se utilizan ollas y sartenes de Aluminio para cocinar, sin saber que cantidad de residuos desprenden hacia los alimentos. Las marcas más comercializadas en El Salvador son: Aluminios de El Salvador (ALSASA) y Aluminios Centroamericanos (ALCAM).

En este trabajo se realizó un estudio preliminar de residuos metálicos extraídos de ollas y sartenes de aluminio. Las extracciones fueron realizadas simulando condiciones a las cuales las amas de casa cocinan, empleando como muestras los utensilios nuevos y usados, para las ollas se utilizó agua como medio de extracción a tres tiempos de cocción: 30, 60 y 120 minutos. Para las sartenes aceite vegetal como medio de extracción y los tiempos: 5, 10 y 15 minutos.

Los extractos se sometieron a tratamientos previos a su análisis: para acuosos se utilizó el método de Evaporación obteniendo extractos sólidos y para los oleosos el método de Digestión por microondas obteniendo extractos digestados.

Los extractos sólidos y digestados resultaron positivos para las pruebas de identificación de Aluminio y negativo para plomo, después de realizadas las pruebas químicas correspondientes, posteriormente fueron analizados por el método de Fluorescencia de Rayos x por Reflexión Total, cuyos resultados obtenidos fueron la presencia de elementos como cloro y calcio en altas concentraciones, característicos del agua potable, haciendo imposible visualizar crestas de aluminio.

Se varió la metodología de obtención de los extractos buscando minimizar interferencias en los análisis, dichos cambios no presentan un resultado cuantificable, por esta razón los extractos de ollas se sometieron a Espectrofotometría de Absorción atómica, obteniendo que las ollas ALCAM usadas a 120 minutos contienen 0.516 mg/L de aluminio y las ollas ALCAM nuevas a 30 minutos contiene 5.056 mg/L de Aluminio por lo que se concluye que las ollas ALCAM tanto nuevas como usadas a cortos y largos tiempos de cocción exceden el nivel permitido de 0.2 mg/L en agua potable por las normativas de la OMS, lo cual puede producir una toxicidad leve y de carácter acumulativo en el organismo.

Por lo que se recomienda a la población en general, no utilizar recipientes de aluminio para cocinar, debido al desprendimiento de aluminio, ya que los niveles de toxicidad representan un factor de alto riesgo para la salud.

I. INTRODUCCIÓN

Para cocinar sanamente, no sólo se necesita que los alimentos sean de un alto nivel nutritivo, estén bien lavados, y exentos de aditivos. También debemos centrar nuestra atención, en los utensilios que usamos para cocinar.

Durante los últimos años, los científicos han investigado los daños provocados al organismo por bacterias, aditivos alimentarios, y los pesticidas, pero se han ocupado muy poco de indagar sobre la posible contaminación que los utensilios de cocina puedan estar trasladando a los alimentos, siendo entre otros las ollas y sartenes los que se encuentran en contacto directo con ellos.

Las ollas y sartenes de aluminio son los utensilios más usados para cocinar, debido a su bajo costo y gran difusión en el mercado nacional, por tal razón se han seleccionado dos marcas: ALSASA Y ALCAM, para realizar el estudio; en el cual se evaluarán únicamente dos variables: el tiempo de cocción y el tiempo de uso de las ollas y sartenes.

Los principales medios usados para cocinar son el agua y el aceite, los cuales pueden afectar directamente al material de los utensilios al ser sometidos a calentamiento. El agua es un buen solvente para las sales metálicas por lo que facilita el desprendimiento del aluminio de las ollas; el aceite al alcanzar ^{XX} temperaturas afecta la superficie de las sartenes.

Las determinaciones se realizaron utilizando agua potable para las ollas y para las sartenes, aceite vegetal.

El estudio implica identificar y cuantificar los residuos metálicos que desprenden las ollas y sartenes de aluminio, de dos marcas ampliamente comercializadas en El Salvador, con el fin de comparar cual de las dos ceden mayor cantidad de residuos que puedan causar daños al ser humano, considerando que el grado de toxicidad puede variar desde el primer día de uso, así como muchos años después, por esta razón se ha considerado realizar las pruebas variando los tiempos de uso de los utensilios.

Los métodos a utilizar para la identificación de aluminio y plomo son mediante pruebas de precipitación y por Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total, el cual también proporciona la concentración a la cual se encuentran los elementos en la muestra.

Además se presentan los resultados de las concentraciones encontradas de aluminio para las muestras de ollas de las dos marcas en estudio, obtenidas mediante el análisis de Espectrofotometría de Absorción Atómica y su comparación con los límites permisibles por la OMS.



II. OBJETIVOS

2.0 OBJETIVOS

2.1 OBJETIVO GENERAL

Realizar un estudio preliminar de residuos metálicos extraídos en ollas y sartenes de aluminio. Determinados por los métodos de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total y Absorción Atómica.

2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- 2.2.1 Obtener los extractos de las muestras definidas para la investigación y darles un tratamiento por los métodos de Evaporación, para ollas y Digestión por Microondas, para sartenes, respectivamente.
- 2.2.2 Identificar la presencia de los elementos tóxicos: Aluminio y Plomo en los extractos, a través de pruebas preliminares de precipitación.
- 2.2.3 Analizar por medio de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total, los metales: Aluminio y Plomo de los extractos de agua y aceite, obtenidos de las ollas y sartenes de aluminio, respectivamente.
- 2.2.4 Aplicar el Método de Absorción Atómica para cuantificar aluminio en extractos obtenidos de ollas de aluminio.
- 2.2.5 Comparar resultados de concentraciones de metales obtenidos de las muestras con respecto a las concentraciones tóxicas para el ser humano, reportados en bibliografía.

III. MARCO TEÓRICO

3.0 MARCO TEORICO

3.1 GENERALIDADES

Los metales tóxicos, son aquellos que al sobrepasar los niveles que requiere nuestro organismo, nos intoxican ya sea por vía respiratoria, digestiva o por la piel, sin que un mecanismo biológico nos ayude a eliminarlos, por lo que llegan a ser acumulativos, debido a las características propias de los metales.

Podemos analizar la intoxicación en función de varios parámetros:

- Grado de aceptación: es el grado de alteración que se produce en el individuo por causa del tóxico y puede ser leve, moderado o severo.
- Grado de evolución con el tiempo:
 - Intoxicación aguda: es aquella que se produce por corto periodo de exposición al agente tóxico. Se produce una manifestación rápida de las alteraciones del organismo, precedida de una absorción rápida del tóxico.
 - Intoxicación sub-aguda: el efecto no es tan rápido ni tan importante.
 - Intoxicación crónica: se produce por la exposición reiterada del individuo al tóxico. La exposición produce su efecto a largo plazo y en ocasiones es difícil de solucionar o incluso incurable. Otras veces, los efectos aparecen en el individuo antes de lo debido por la existencia de otros problemas en el organismo. (10)

3.2 TOXICOLOGÍA RELACIONADA CON ALUMINIO ⁽¹¹⁾

Los utensilios de Aluminio son muy eficaces porque su conductividad térmica reduce los tiempos de cocción. Aunque otros materiales han querido reemplazarlo, son los de elección para las amas de casa, por su bajo costo. El aluminio se corroe progresivamente por el contacto con el calor, la sal y los ácidos.

La contaminación de los alimentos con aluminio está asociado la destrucción de vitaminas, la retención de metales pesados y otros problemas gastrointestinales y neurológicos.

Hace tiempo que se vislumbra una conexión entre la ingestión de aluminio y la enfermedad de Alzheimer: una rápida degeneración mental que aumenta con la edad. Los estudios que rechazan esta teoría se basan en que los intestinos no absorben el aluminio y aunque lo hicieran, el metal sería repelido por las barreras naturales que protegen el cerebro contra las sustancias perjudiciales procedentes de la sangre. Pero también la teoría opuesta posee argumentos de peso: parece ser que pacientes tratados con hemodiálisis sufrieron casos de demencia similar al Alzheimer desencadenada por restos de aluminio presentes en el líquido de diálisis.

Además, en el cerebro de los pacientes de Alzheimer se detectan proporciones de aluminio cuya procedencia es hasta el momento un misterio.

La primera pista la proporciona el agua potable, aunque algunos toxicólogos consideran que el contenido de aluminio en el agua es irrelevante en comparación al que contienen otros alimentos.

El agua potable rica en aluminio contiene muy poco silicio y al revés: poco aluminio en el agua equivale a mucho silicio y esto inhibe la retención del aluminio procedente de la alimentación habitual o impide los efectos perjudiciales de este metal en el organismo. En este sentido se encaminan las investigaciones del investigador británico J.D. Bitchal, quien observó que los pacientes tratados con hemodiálisis que padecían demencia sufrían al mismo tiempo osteomalacia, un cuadro clínico que puede producirse por una carencia de silicato.

El organismo utiliza el silicato como elemento de contención en los lugares en los que puede incidir el aluminio perjudicial. Además, el silicio regenera enzimas que han sido "intoxicadas" por el aluminio.

Así se explicarían los resultados nocivos atribuidos al agua: no es su elevado contenido de aluminio lo que propicia la enfermedad de Alzheimer, sino la carencia de silicatos relacionada con dicho elemento.

El aluminio puede entrar en nuestro organismo fácilmente, por lo que hay que tener en cuenta una serie de consejos:

- Si el agua con flúor se hierve en ollas de aluminio se disuelve diez veces más cantidad de ese metal que en el agua sin flúor.

- El flúor en contacto con el aluminio forma trifluoruro de aluminio, una sustancia que se infiltra ligeramente a través de las paredes intestinales y de las protecciones naturales del cerebro.
- Los edulcorantes como el glutamato, así como el ácido cítrico, fijan el aluminio y lo transportan al organismo.
- Los productos ácidos como la salsa de soja, las confituras o el jugo de tomate, disuelven en ocasiones el metal de las ollas y lo hacen acceder al organismo.

3.2.1 Toxicocinética del Aluminio. (Al)

Las vías de absorción de este metal y sus compuestos son: Oral, inhalatoria y dérmica, siendo la absorción oral menor del 1%. Una vez en la sangre permanece en ésta unido a las proteínas plasmáticas, en especial a la Transferina o una Metalotioneína. Luego se distribuye en los tejidos especialmente en los huesos.

La vida media plasmática se estima de 4,5 horas; se excreta a través de la vía biliar, pero la mayor eliminación es renal. (3)

3.2.2 Mecanismo de acción fisiológico del aluminio.

Tras ingresar al organismo, el aluminio interfiere con el "trabajo" de las células y les impide metabolizar adecuadamente elementos tan importantes como el calcio y el hierro. Como el aluminio es extraño a la célula, interfiere con la función normal de ciertas proteínas implicadas en el metabolismo de estos elementos esenciales y produce entonces una alteración de los procesos celulares.

Además, el depósito de Aluminio en el hueso puede bloquear la incorporación de Calcio en la matriz ósea, inhibiendo también la acción de la hormona paratiroidea. ⁽¹³⁾

3.2.3 Niveles de toxicidad del aluminio:

Bajo de 1 a 10 ppm
 Mediana de 10 a 30 ppm
 Alta de 30 o más ppm ⁽¹²⁾

El valor máximo admisible para agua potable según la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04 Agua. Agua Potable ⁽⁸⁾ es de 0.2 mg/L (ppm), lo que indica que este nivel es menor a los niveles de toxicidad presentados en el cuadro anterior.

3.2.4 Síntomas de contaminación por aluminio:

Irritación gastrointestinal

Bloqueo de la absorción del fósforo

Soriasis

Fibrosis

Estreñimiento

Inhibición en la absorción del hierro y algunas vitaminas.

3.3 TOXICOLOGÍA RELACIONADA CON PLOMO (Pb)

En estudios anteriores, realizados en otros países, se vincula el plomo con el aluminio, ya que este último, permite la captación del plomo. Este no tiene función biológica, altera las enzimas del calcio y magnesio y desplaza el calcio de los órganos donde se encuentra tal como los huesos y dientes. ⁽¹⁶⁾

3.3.1 *Toxicocinética del plomo*

Se absorbe a nivel pulmonar y gastrointestinal. La absorción pulmonar depende del tamaño de las partículas; entran al torrente sanguíneo y las que logran llegar al pulmón, se absorben en su totalidad sin importar su composición química. El depósito de partículas en pulmón sería del 30-50 % de lo inhalado pero esto dependería del tamaño de las partículas. Los niños absorberían de 1.6 a 2.7 veces más que los adultos.

La absorción gastrointestinal neta en adultos es del 10% al 15%, la absorción neta en niños es del 42% al 50%.

Algunos datos en Modelos Experimentales demuestran que la absorción de plomo (Pb), bajo exposición de 1 mg/kg la absorción llegó al 42%; con exposición de 100 mg/kg la absorción llegó al 2% de dosis administrada, lo que indica que a menor cantidad de plomo en exposición su absorción es mayor; además que la disminución de Fe, Ca, P, Se, Zn aumenta la absorción de Pb, así como que al aumentar la vitamina D aumenta la absorción del Pb. Otros estudios revelan que al disminuir el Fe aumenta la absorción del Pb por seis

veces y sobre todo llega al riñón y al hueso. Además, al aumentar el Fe disminuye la absorción del Pb y sobre todo baja en riñón, hueso y sangre.

En cuanto a la distribución del plomo en el organismo humano, en tejidos blandos. Su vida media es de 40 días, en Sangre 36 días y en Huesos 27 años

Excreción del Plomo. Por las heces se elimina el plomo que no se absorbe en intestino y el plomo que es excretado por vía biliar. Por la Orina se elimina entre un 40% y un 70% de lo absorbido por todas las vías. Por Exhalación se eliminan principalmente compuestos volátiles, como el tetraetilo de plomo. Por la edad, los infantes retienen 32% de lo absorbido y los adultos solamente el 1.0%.

3.3.2 Mecanismo de acción fisiológico del plomo

El plomo inhibe la actividad de varias enzimas del metabolismo hemoglobínico, lo que reduce el balance de oxígeno y el volumen respiratorio. También disminuye la actividad del ácido d -aminolevulínico-dehidratasa en los eritrocitos. Se producen efectos nocivos al absorber durante un tie ³¹ prolongado incluso cantidades inferiores a 1 mg/día. ⁽¹⁷⁾

3.3.3 Efectos en el organismo

El Plomo (Pb) causa efectos dañinos a nivel neurológico en adultos, como: Encefalopatía a concentraciones entre 100 a 120 µg/dl de Pb en sangre, Efectos neurológicos y neuroconductuales a concentraciones de 40 a 80 µg/dl y en el Sistema nervioso periférico a niveles de 30 µg/dl.

Además causa daño Renal en adultos a concentraciones de 40 - > 100 µg/dl de Pb en sangre y en niños. Por cada 10 µg/dl de plomo en sangre se incrementa la enzima en orina en un 14%.

El plomo también causa efectos de Hipertensión Arterial en Adultos Decremento de 10 µg/dl a 5 µg/dl está asociado con una disminución en la presión sanguínea sistólica de 1.25 mm Hg (intervalos de confianza al 95% : (0.87 - 1.63). (17)

3.3.4 Niveles de toxicidad del plomo

Bajo de 1 a 20 ppm

Medio de 20 a 30 ppm

Alto de 30 o más ppm (12)

El valor máximo admisible para agua potable según Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04 Agua. Agua Potable (8) es de 0.01 mg/L (ppm), lo que indica que este nivel es menor a los niveles de toxicidad presentados en el cuadro anterior.

3.4 METODO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXION TOTAL ⁽¹²⁾

La técnica de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total (TXRF) se basa, en términos generales, en el estudio de las emisiones de fluorescencia de rayos X generados después de la excitación de una muestra mediante una fuente de rayos X.

Los átomos presentes en la muestra analizada son excitados de modo que los electrones de las capas internas son arrancados o ascienden a niveles de energía superiores, produciendo una vacante por expulsión de un electrón en estas capas internas, y la posterior transición de otro electrón de las capas superiores que permiten llenar dicha vacante, manifestándose la diferencia de energía entre los niveles de forma de radiación electromagnética (rayos X) característica del elemento.

Los electrones de otras capas minimizan su energía ocupando los huecos electrónicos que quedan libres, de modo que la energía asociada a dichas transiciones se re-emiten en forma de fotones.

Hay varias formas de producir dicha vacante, una de ellas es por medio de rayos X primarios provenientes de un tubo de rayos X, con energía igual o mayor a la energía de enlace de los electrones, obteniéndose así los rayos X de fluorescencia o rayos secundarios. Otra forma de producir rayos X primarios es con fuentes anulares isotópicas Hierro-55 (Fe-55), Cadmio (Cd-109), Americio 241 (Am-241)

Los rayos X secundarios son característicos de cada elemento y se clasifican dependiendo de las transiciones de los electrones, así, si la vacante se produce en el nivel K (primer nivel interno) se obtiene la radiación $K\alpha$ cuando la transición es desde el orbital L y $K\beta$ cuando la transición es desde el orbital M. Cuando la vacante se produce en el orbital L, se obtienen líneas ($L\alpha$, $L\beta$, $L\gamma$), siguiendo transiciones de orbitales superiores. (Ver valores en tabla de energías de emisión, Anexo 1)

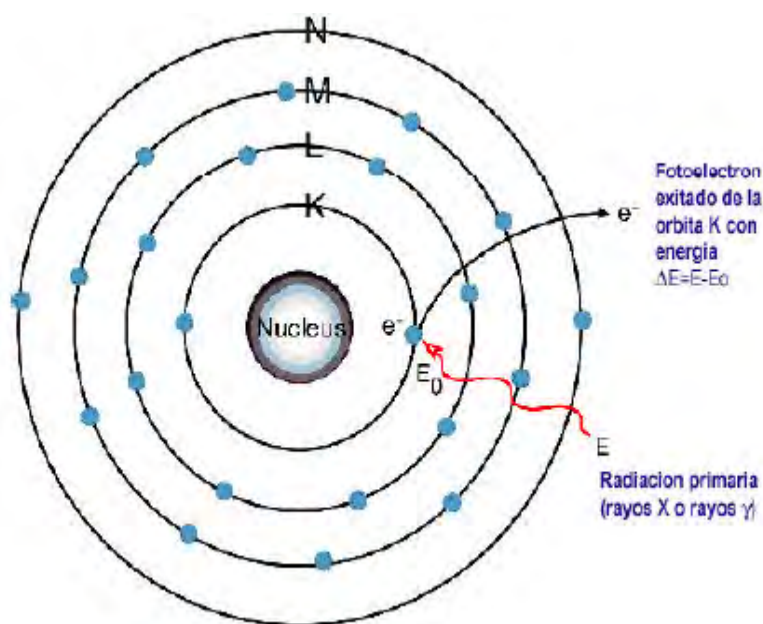


Figura N° 1. Ilustración del efecto de excitación del átomo por fuente de radiación

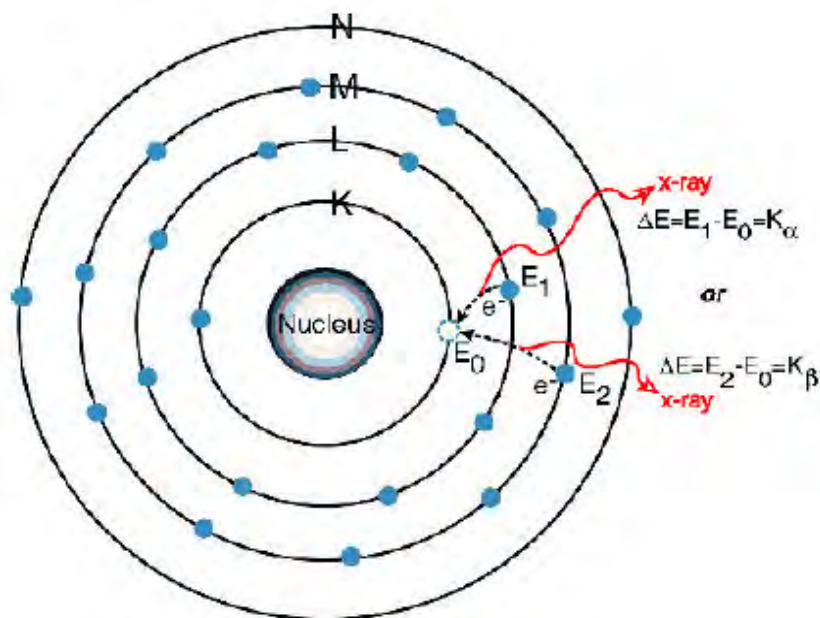


Figura N° 2. Ilustración de las transiciones posibles en la excitación de los átomos

El resultado es un espectro de dispersión de energía, donde aparecen simultáneamente todas las líneas asociadas a los elementos químicos presentes.

Analizando la posición de los máximos de intensidad, se identifican los elementos presentes (Análisis Cualitativo), integrando cada uno de los perfiles elementales se obtienen sus proporciones másicas y añadiendo un elemento patrón de concentración conocida se obtiene la cuantificación de dichos elementos (Análisis Cuantitativo).

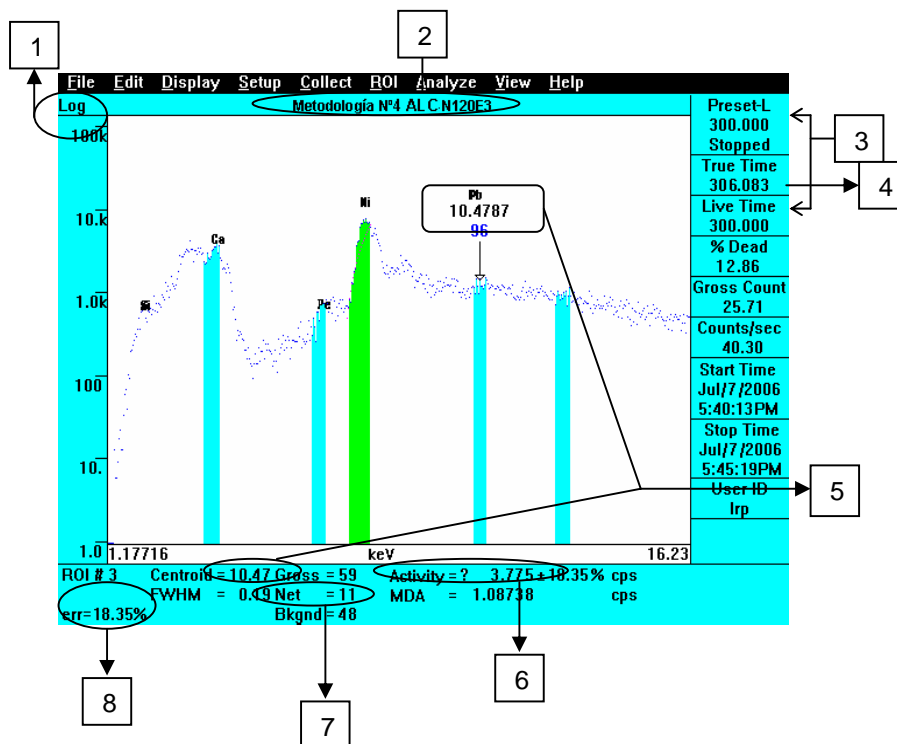


Figura N° 3. Esquema explicativo de los parámetros que se visualizan en el espectro resultante de la lectura de los extractos de ollas y sartenes por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total.

1. Tipo de Escala
2. Nombre de la metodología y código del extracto analizado
3. Tiempo Programado
4. Tiempo Real de la lectura
5. Símbolo del átomo y Energía de Emisión característica del átomo
6. Actividad que genera el trabajo que realiza el átomo al ser excitado
7. Carga neta que emite cada átomo, la cual sirve para cuantificar el elemento en estudio
8. Error de la medición de la energía

3.5 MÉTODO DE DIGESTIÓN DE MICROONDA ⁽¹⁵⁾

Es un método utilizado para la destrucción de materia orgánica en productos alimenticios, con el fin de lograr la selectividad requerida para el análisis químico de elementos traza en una muestra.

Este método puede aplicarse a todo tipo de productos alimenticios. La materia orgánica se destruye y oxida por la acción de ácido nítrico en ebullición. La muestra es calentada a través de aquellas sustancias existentes en la mezcla (muestra + ácido) capaces de absorber la radiación microondas, generándose en aumento de temperatura y presión en el interior de la bomba de digestión que favorece la digestión de la muestra.

3.6 METODO DE ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA (4)

El fundamento del proceso de absorción atómica consiste en que los átomos de un elemento en su estado fundamental E_0 son excitados por una radiación suficientemente monocromática y de energía:

$$E = hv$$

Éstos absorben radiación pasando a un estado excitado E_1

Posteriormente, los átomos volverán a su estado fundamental emitiendo esta energía que absorbieron inicialmente, de forma que

$$\Delta E = E_1 - E_0 = hv$$

Esta ecuación es la de Planck y viene a decir que la energía no se absorbe ni se emite de manera continua sino de forma de “cuantos” de luz de energía

$$E = hv$$

La frecuencia de absorción y emisión es característica de cada elemento y constituye su espectro de excitación y emisión.

Los elementos de la tabla periódica presentan máximos a diferentes longitudes de onda característica de cada uno. El aluminio puede absorber a 237.3, 256.8, 257.4, 309.3 y 396.2 nm

El proceso de absorción-emisión es un proceso reversible, de forma que al suministrar cantidades elevadas de energía a los átomos, éstos se

encontrarán en estado excitado; de manera que al volver a su estado fundamental emitirán a una longitud de onda característica, constituyendo la base de la espectroscopia de emisión.

De lo anterior se establece que la energía absorbida por los átomos dependerá:

- De la frecuencia de la línea de resonancia
- De la intensidad de radiación de dicha línea

Las ventajas que ofrece esta técnica para la determinación de metales son resumidamente:

- Elevado número de metales a analizar.
- Posibilidad de determinación de concentraciones de hasta partes por billón (ppb) del elemento.
- Relativa rapidez y sencillez de manejo.

La espectroscopia de absorción atómica precisa como su nombre indica, de una atomización de la muestra o dicho de otra manera, de reducir la muestra al estado atómico, para tras una excitación provocada por una lámpara de cátodo hueco fabricada con el elemento de interés, leer la absorción producida por los átomos a la longitud de onda característica del elemento.

Por tanto, esta técnica precisa de sistemas capaces de pasar la muestra al estado atómico: son los atomizadores o sistemas de atomización.

Todo proceso de atomización, implica una serie de pasos que pueden resumirse a partir de la muestra líquida, según el esquema de la figura 1

En todo este proceso es fundamental conseguir la mejor atomización de la muestra en orden a aumentar la sensibilidad del análisis.

Los sistemas de producción de vapor atómico son principalmente cuatro:

- Atomización por llama
- Atomización por horno de grafito
- Atomización por generación de hidruros
- Atomización por vapor frío.

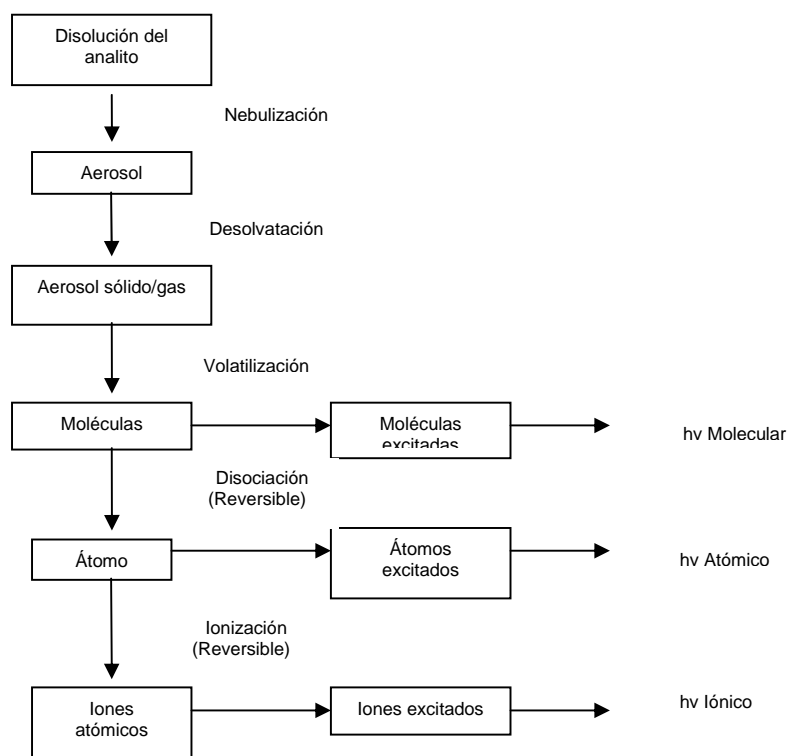


Figura N° 4. Esquema de procesos que ocurren durante la atomización

IV. DISEÑO METODOLÓGICO

4.0 DISEÑO METODOLOGICO

4.1 Tipo de estudio

Este trabajo se basó en un Estudio Experimental y Exploratorio, ya que se realizaron una serie de análisis en el Laboratorio para la recolección de resultados. Además constituye una investigación preliminar, sobre todo en el área de tóxicos a nivel doméstico que se realiza en el país.

4.2 Investigación Bibliográfica

Se efectuó la revisiones bibliográficas sobre el tema en libros, tesis, revistas, manuales, paginas web, etc., en la Biblioteca de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador; Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador y además consultas en el Laboratorio del Instituto de Medicina Legal, Policía Nacional Civil (PNC), Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social, así como en sitios de Internet.

4.3 Investigación de campo

4.3.1 Universo

Está constituido por los utensilios para cocinar de aluminio que existen en el país, el cual comprende una variedad como: ollas, arroceras, sartenes, cucharones, moldes, vasos. Las marcas comercializadas en El Salvador son 3:

- ALSASA (Aluminios de El Salvador)
- ALCAM (Aluminios Centroamericanos)
- ALLINTER (Aluminios Internacionales).

4.3.2 Muestra

Para el estudio se seleccionaron como muestra los utensilios que tienen mayor tiempo de contacto con los alimentos: ollas y sartenes. Estas corresponden a dos marcas ampliamente comercializadas en El Salvador: ALSASA y ALCAM.

Las variables que se tomaron en cuenta para el estudio son: *tiempo de uso y tiempo de cocción*.

El tiempo de uso se determinó en 2 partes:

- a) Muestras inmediatamente después de comprarse (nuevas)
- b) Muestras con cierto tiempo de uso. Para encontrar este dato se tomó de base el número de lote grabado en el material, determinando así el año de fabricación, como lo muestra cuadro N° 1; tomando en cuenta que este tipo de codificación corresponde al año 2005.

Cuadro N° 1. Especificaciones de Muestras: Ollas y Sartenes utilizadas para la investigación.

UTENSILIO	MARCA	TIEMPO DE USO	N° LOTE
Olla	ALCAM	0 meses	05 – 05
UTENSILIO	MARCA	TIEMPO DE USO	N° LOTE
Olla	ALCAM	36 meses	03 – 01
Olla	ALSASA	0 meses	04 – 05
Olla	ALSASA	36 meses	07 – 02
Sartén	ALCAM	0 meses	05 – 05
Sartén	ALCAM	240 meses	12 – 85
Sartén	ALSASA	0 meses	06 – 05
Sartén	ALSASA	240 meses	02 – 85

El tiempo de cocción se obtuvo simulando las condiciones a las cuales cocinan las amas de casa, utilizando como medio de cocción agua potable para ollas y aceite vegetal para sartenes, definiendo los siguientes parámetros

- **OLLAS**, emplean mayor tiempo de cocción. De los cuales se tomaron 3 tiempos: **30, 60 y 120 minutos**.
- **SARTENES**, emplean menor tiempo de cocción. De los cuales se tomaron 3 tiempos: **5, 10 y 15 minutos**

Los tiempos de cocción utilizados se tomaron por las razones siguientes:

OLLAS:

- a) 30 minutos: constituye el tiempo de cocción de verduras como: yuca, papas, güisquil, entre otros.
- b) 60 minutos: representa la cocción de algunas sopas conteniendo verduras, carnes rojas o blancas.
- c) 120 minutos: tiempo promedio requerido para cocinar sopas de granos como: frijoles.

SARTENES:

- a) 5 minutos: tiempo utilizado para realizar frituras de alimentos que no requieren excesiva cocción. Por ejemplo: huevos, plátanos, etc.
- b) 10 minutos: para la cocción de algunos alimentos como porciones de carnes blancas o rojas; así como recalentar alimentos previamente cocinados.
- c) 15 minutos: para cocinar alimentos en fritura que requieren mayor tiempo de cocción. Ejemplo: Papas fritas.

Todos los extractos se obtuvieron por duplicado utilizando 2 marcas de ollas y sartenes, para 2 tiempos de uso diferentes y variando 3 tiempos de cocción.

**Tabla N° 1. Número de Extractos obtenidos de los 2 tipos de muestras:
Ollas y Sartenes**

* La muestra utilizada como blanco es una olla de vidrio.

Muestra	Marcas	Tiempo de uso	Tiempos de cocción	Número de extracciones	Total de Extractos
Ollas	2	2	3	2	24
Sartenes	2	2	3	2	24
Blanco*	-	-	-	2	2
Total					50

4.3.3 Definiciones

- **Muestras:** Ollas y sartenes de aluminio seleccionadas para llevar a cabo el estudio.
- **Extractos:** Medios (agua y aceite) tratados en las muestras, bajo las condiciones establecidas

Los extractos se clasificarán según la etapa del tratamiento en:

- *Extracto acuoso:* es el agua resultante luego de ser sometida a las condiciones establecidas para las muestras de ollas de aluminio
- *Extracto sólido, polvo impalpable obtenido después de ser tratado el extracto acuoso por los métodos de evaporación a sequedad.*
- *Extracto oleoso, concentrado obtenido después del tratamiento del aceite en las sartenes de aluminio, bajo las condiciones establecidas.*
- *Extracto digerido,* liquido libre de componentes orgánicos obtenido del tratamiento del extracto oleoso mediante Digestión por Microondas.

4.4 Investigación Experimental.

4.4.1 Obtención de Extractos

Ver Material y equipo utilizado en Anexo 2

4.4.1.1 Técnica para la obtención de extractos acuosos de las muestras de ollas (Metodología I)

1. Depositar 1 L de agua potable en una olla, colocar en la hornilla de una cocina.
2. Encender la hornilla a fuego medio (intensidad media de la llama)
3. Colocar la tapa en la olla y esperar hasta que el agua presente las primeras burbujas de ebullición. Este es el parámetro de tiempo “cero” de cocción para iniciar el conteo de los 30 minutos.
4. Luego de transcurridos 10 minutos: quitar la tapa de la olla y agitar con una cuchara de madera durante 30 segundos.
5. Realizar el paso anterior cada 10 minutos, hasta cumplirse los 30 minutos
6. Una vez finalizado el tiempo de cocción apagar la hornilla de la cocina y dejar enfriar por 20 minutos
7. Transferir a un beaker de 600mL el **extracto acuoso** obtenido (aproximadamente 500 mL).

Nota: Este procedimiento se repitió para cada una de las muestras y los otros tiempos de cocción, para los extractos obtenidos a 120 minutos se usaron 2 Litros de agua potable.

- Tratamiento del Extracto Acuoso por el Método de Evaporación para obtener el Extracto Sólido.
1. Concentrar el extracto acuoso a un volumen aproximado de 5 mL en hot plate.
 2. Evaporar los 5 mL de extracto acuoso en una capsula de porcelana “previamente tarada” en estufa a 120 °C por 30 minutos.
 3. Colocar en desecador, aproximadamente por 20 minutos.
 4. Pesar la capsula de porcelana para obtener el peso del extracto sólido
 5. Transferir el extracto sólido a un frasco de vidrio ámbar de 10 g.
 6. Almacenar en un desecador de Silica Gel.

Nota: Este procedimiento se repitió para cada una de las muestras y los otros tiempos de cocción.

4.4.1.2 Técnica para la obtención de extractos oleosos de las muestras de sartenes

1. Depositar 50 mL de aceite vegetal en una sartén, colocar en la hornilla de una cocina
2. Encender la hornilla a fuego medio (intensidad media de la llama) y calentar por 5 minutos.
3. Transcurridos 2 minutos agitar con una cuchara de madera por 15 segundos.

4. Realizar el paso anterior cada 2 minutos, hasta cumplirse los 5 minutos
5. Una vez finalizado el tiempo de cocción apagar la hornilla de la cocina y dejar enfriar por 10 minutos
6. Transferir a un frasco ámbar de 120 mL el extracto oleoso obtenido. De ser necesario arrastrar los residuos adheridos en paredes y fondo de la muestra con la cuchara de madera.

Nota: Este procedimiento se repitió para cada una de las muestras y los otros tiempos de cocción, utilizando el mismo volumen de aceite vegetal.

- Tratamiento del Extracto Oleoso por Medio del Método de Digestión por Microonda para Obtener el Extrato Digestado.

ETAPA I. Preparación inicial ⁽¹⁵⁾

1. Pesar 0.2 g de extracto oleoso en un beaker de 10 mL y transferir a un vaso de teflón (Ver Anexo 3)
2. Medir 5 mL de HNO₃ concentrado en una probeta de 10 mL
3. Arrastrar los residuos del extracto oleoso que se encuentran en el beaker de 10 mL con aproximadamente 2 mL de HNO₃ concentrado y lavar los restos de extracto oleoso que se adhiera al vaso. Posteriormente agregar el resto de HNO₃ concentrado hasta agregar completamente los 5 mL.
4. Colocar el disco de seguridad en el vaso de teflón y asegurarse que un solo disco esta en dicho lugar y cerrar el vaso. (ver Anexo 3)

5. Repetir este procedimiento para los 4 vasos de teflón restantes, para obtener 5 extractos digestados (Ver Anexo 3)
6. Elaborar un blanco que contenga: 5 mL de HNO₃ concentrado y 3 mL de Agua Destilada (sexto vaso de teflón del equipo)

NOTA: Los vasos de teflón deben disponerse en su base, de manera intercalada, para equilibrar el peso y presiones generadas dentro del sistema de Digestión por Microondas.

ETAPA II. Especificaciones para programar el equipo y obtención final.

7. Programar el Sistema de Digestión de Microonda a la presión seleccionada, con los criterios definidos en el equipo, lo cual se muestra en tabla N° 2
8. Verificar que hay conexión Harward – Equipo. (Ver Anexo 3)
9. Calibrar el equipo a Presión ambiente como mínima y una presión máxima de 200 psi a una temperatura máxima de 200 °C.
10. Elegir el método, de acuerdo al tipo de muestra. En caso de aceite vegetal el método de elección es el denominado: vegoil1
11. Se nombra el reporte, en nuestro caso: AMS0045 OIL2
12. Activar el equipo
13. Pasado el tiempo de digestión dejar enfriar por 1 hora
14. Abrir el vaso de teflón para disminuir la temperatura
15. Se obtiene el extracto digestado

Nota: Este procedimiento se repitió para cada una de los extractos oleosos obtenidos.

Tabla N° 2. Fases del proceso de Digestión y sus parámetros de presión y tiempo ⁽¹⁵⁾

Fase	Presión (psi)	Tiempo (min)
1	20	10:00
2	40	6:00
3	60	2:00
4	80	2:00
5	100	2:00
6	120	2:00
7	140	2:00
8	160	3:00

Nota: Los tiempos a usar en cada fase, de acuerdo a las presiones, fueron seleccionadas de acuerdo a experiencia del profesional competente en el manejo del equipo.

En el Anexo N° 4 se muestra la tabla que indica el método propuesto por el fabricante del equipo, el cual comprende 47 minutos en total y en el Anexo N° 5 se muestra la tabla con el método que ha desarrollado el profesional experto en el manejo del equipo, este comprende un tiempo total de 29 minutos. El experto ha comprobado que aunque se reduzca el tiempo de corrida máximo del tratamiento por microondas, la digestión se lleva a cabo completa y satisfactoriamente, aunado a que se disminuye el riesgo de sobrecalentamiento del equipo o de alcanzar presiones excesivamente altas.

4.4.2 IDENTIFICACIÓN DE LOS EXTRACTOS

A fin de facilitar el manejo de los extractos obtenidos de cada muestra Y considerando cada una de las variables de la investigación, se diseñó una codificación que consta de 4 partes:

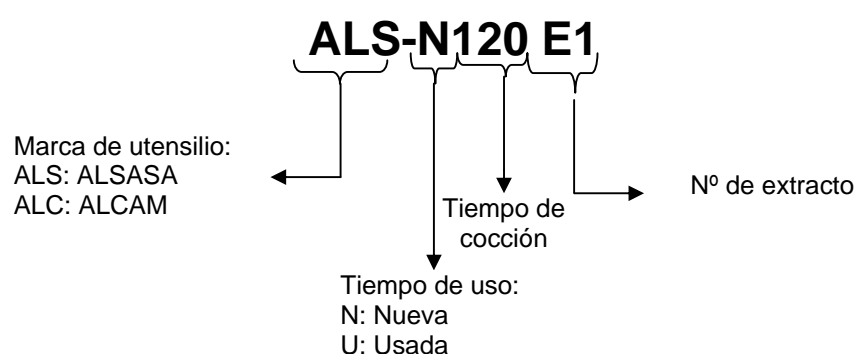
Parte I: Consiste en las iniciales de la marca de la muestra

Parte II: Letra que designa el tiempo de uso de la muestra de forma cualitativa

Parte III: Tiempo de cocción del extracto

Parte IV: Letra E que representa “el extracto” y el número de extracción 1 y 2, ya que cada extracto se obtendrá por duplicado.

Ejemplo: ALS-N120E1 (Extracto obtenido de olla ALSASA nueva a un tiempo de cocción de 120 minutos como extracto 1) y ALS-N120E2 (Extracto obtenido de la olla nueva a un tiempo de cocción de 120 minutos como extracto 2)



4.4.3 PRUEBAS CUALITATIVAS PARA IDENTIFICACIÓN DE ALUMINIO Y PLOMO EN EXTRACTOS ACUOSOS Y OLEOSOS.

En el caso de las ollas se usara el extracto sólido y para las sartenes el extracto digerado. Además cada prueba se realizará con un blanco de agua destilada, estándar de aluminio de 1000 ppm y agua de estuario para metales en traza.

4.4.3.1 Pruebas de identificación de Aluminio ⁽⁵⁾

4.4.3.1.1 REACCIÓN CON SOLUCION REACTIVO DE AMONÍACO

- *Extracto Sólido. Muestras: Ollas de aluminio*

1. Pesar 20 mg de extracto sólido y colocarlo en un tubo de ensayo.
2. Agregar 5 mL de agua destilada y agitar
3. Agregar 10 gotas de Solución Reactivo de amoníaco
4. Si se forma un precipitado blanco gelatinoso, **se presume la presencia de aluminio** en el extracto sólido
5. Sobre el precipitado gelatinoso formado, agregar Hidróxido de Amonio, si se solubiliza, **confirma la presencia de Aluminio**.

- *Extracto Digerado. Muestras: Sartenes de aluminio*

1. Medir 2 mL de extracto digerado y colocarlo en un tubo de ensayo.
2. Agregar 5 mL de agua destilada y agitar
3. Agregar 10 gotas de Solución Reactivo de amoníaco
4. Si se forma un precipitado blanco gelatinoso, **se presume la presencia de aluminio** en el extracto digerado

5. Sobre el precipitado gelatinoso formado, agregar Hidróxido de Amonio, si se solubiliza, **confirma la presencia de Aluminio**.

4.4.3.1.2 REACCIÓN CON SOLUCION REACTIVO DE HIDRÓXIDO DE SODIO

- *Extracto Sólido. Muestras: Ollas de aluminio*

1. Pesar 20 mg de extracto sólido y colocarlo en un tubo de ensayo
2. Agregar 5 mL de agua destilada y agitar
3. Luego Agregar 10 gotas de Solución Reactivo de Hidróxido de Sodio
4. Si se forma un precipitado blanco gelatinoso, **se presume la presencia de aluminio** en el extracto sólido.
5. Agregar sobre el precipitado blanco gelatinoso un exceso de Solución Reactivo de Hidróxido de Sodio, si se solubiliza, **confirma la presencia de Aluminio**.

- *Extracto Digestado. Muestras: Sartenes de aluminio*

1. Medir 2 mL de extracto sólido y colocarlo en un tubo de ensayo
2. Agregar 5 mL de agua destilada y agitar
3. Luego Agregar 10 gotas de Solución Reactivo de Hidróxido de Sodio
4. Si se forma un precipitado blanco gelatinoso, **se presume la presencia de aluminio** en el extracto sólido.
5. Agregar sobre el precipitado blanco gelatinoso un exceso de Solución Reactivo de Hidróxido de Sodio, si se solubiliza, **confirma la presencia de Aluminio**.

4.4.3.2 Pruebas de identificación de Plomo ⁽⁵⁾

En las pruebas preliminares para la identificación de plomo se realizó un tratamiento previo según la siguiente marcha:

- Tratamiento para Extracto Sólido. Muestras: Ollas de aluminio

1. Colocar 0.2g de extracto sólido en un tubo de ensayo
2. Agregar 10 mL de agua destilada y agitar
3. Acidificar hasta llegar a un pH entre 2-4 con ácido nítrico al 30% v/v
4. A la solución obtenida se le llamo “**solución A**” la cual se utilizará para las pruebas de identificación de plomo.

- Tratamiento para Extracto Digestado. Muestras: Sartenes de aluminio

1. Colocar 10 mL de extracto digestado en un tubo de ensayo
2. Acidificar hasta llegar a un pH entre 2-4 con ácido nítrico al 30% v/v
3. A la solución obtenida se le llamo “**solución A**” la cual se utilizara para las pruebas de identificación de plomo.

4.4.3.2.1 PRUEBA DE IDENTIFICACIÓN CON CROMATO DE POTASIO

1. Tomar 2 mL de “solución A” agregar Cromato de Potasio al 10 % p/v
2. Se forma un precipitado color Amarillo.
3. Evaluar la solubilidad del precipitado anterior con los reactivos siguientes:
Hidróxido de potasio al 10% v/v y Ácido nítrico concentrado.
4. Si es soluble en ambos reactivos se detecta la presencia de plomo.

4.4.3.2.2 PRUEBA DE IDENTIFICACIÓN CON YODURO DE POTASIO

1. Tomar 2 mL de “**solución A**” agregar Yoduro de Potasio al 10 % p/v
2. Se forma un precipitado color Amarillo Claro.
3. Si al calentarlo se vuelve anaranjado, indica la formación de YODURO DE PLOMO
4. Evaluar la solubilidad del precipitado anterior con los reactivos siguientes:
Hidróxido de potasio al 10% p/v y Acido Clorhídrico concentrado Caliente
5. Si es soluble en ambos reactivos se **detecta la presencia de plomo**.

Nota: Se utilizó como referencia: Estándar de Aluminio de 1000 ppm y Agua de Estuario para Metales en Traza conteniendo Plomo, para la identificación de los metales en estudio con las pruebas de precipitación anteriores, siguiendo la misma técnica. (ver Anexo 6 y 7)

4.4.4 ANALISIS CUANTITATIVO DE ALUMINIO Y PLOMO MEDIANTE EL METODO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL ⁽¹²⁾

Ver material y equipo utilizado en Anexo 8

4.4.4.1 EXTRACTOS SÓLIDOS.

1. En un cristal reflector (porta-muestras) colocar una fina capa de extracto sólido y posteriormente colocarlo en el colector de muestras (Anexo 9)
2. Medir durante un tiempo de 300 a 600 segundos cada extracto
3. Evaluar los espectros medidos, para todas las líneas de interés, utilizando la intensidad neta o área bajo la curva

4.4.4.2 EXTRACTOS DIGESTADOS

a. Tratamiento de Extracto Digestado

1. Transferir el extracto digestado a un balón volumétrico de 25.0 mL
2. Agregar 25 μ L de estándar interno de galio y llevar a volumen con agua destilada
3. Se obtiene la solución preparada de extracto digestado

b. Análisis de solución preparada de extracto digestado

1. En un cristal reflector (porta muestras) depositar 50 μ L de cada solución preparada del extracto digestado.
2. Evaporar a sequedad la muestra en cámara de vacío.
3. Colocar el cristal reflector en el equipo y medir durante un tiempo de 300 a 600 segundos cada muestra.
4. Evaluar los espectros medidos, para las líneas de aluminio y plomo, en primer lugar el análisis cualitativo por la presencia de crestas visibles a las energías correspondientes de los elementos evaluados (de acuerdo a la tabla de Energías de Emisión, ver Anexo 1) y si son detectados realizar una curva de calibración para luego cuantificar utilizando la intensidad neta o área bajo la curva.

4.4.5 METODOLOGÍAS MODIFICADAS PARA LA OBTENCIÓN DE EXTRACTOS SÓLIDOS

Debido a que en análisis por Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total no se obtuvieron áreas bajo la curva cuantificable para las líneas de emisión de aluminio y plomo, se realizaron varios cambios de metodología para la obtención y tratamiento de extractos, específicamente en extractos acuosos, con el fin de mejorar el resultado en los espectros. Es importante tomar en cuenta que se partirá de la metodología enunciada anteriormente como: Técnica para la obtención de extractos acuosos de las muestras de ollas, punto 4.4.1.1, la cual se denominará Metodología 1. Las metodologías modificadas se detallan a continuación:

4.4.5.1 METODOLOGÍA 2

ADICION DE CLORURO DE SODIO ⁽¹⁴⁾

Debido a que la solubilidad de metales ligados al agua puede mejorarse por aumento de salinidad se adiciona Cloruro de Sodio, además por ser el condimento más utilizado para cocinar.

1. Colocar 1 L de agua potable en la olla.
2. Agregar una cucharadita de sal común.
3. Agitar con una cuchara de madera, hasta disolver la sal.

4. Encender la hornilla de la cocina a fuego medio (intensidad media de la llama)
5. Colocar la tapa de la olla y esperar hasta que el agua presente las primeras burbujas de ebullición
6. Al iniciar la ebullición es el tiempo “cero” para contar los 60 minutos.
7. Luego de transcurridos 10 minutos: quitar la tapa y agitar el agua con una cuchara de madera, durante 30 segundos.
8. Realizar el paso anterior cada 10 minutos, hasta cumplirse los 60 minutos.
9. Una vez se cumple el tiempo estipulado, apagar la hornilla de la cocina
10. Dejar enfriar durante 2 minutos.
11. Agregar el volumen restante en un beaker de 600 mL
12. Continuar con el proceso de Tratamiento del Extracto Acuoso por el Método de Evaporación para Obtener el Extracto Sólido. Enunciado en numeral 4.4.1.1.

Por la presencia de los elementos que componen la sal común: Cloro (Cl), Calcio (Ca) y Potasio (K), no se obtuvo una línea de emisión para el aluminio visible en el espectro de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total (Ver figura N° 10). Por lo que se realizó otra variación en la metodología de extracción en las ollas.

4.4.5.2 METODOLOGIA 3.

VARIACIÓN DE pH ⁽¹⁾

Debido a que la solubilidad de metales ligados al agua puede mejorarse también con cambios de pH, se realizó la adición de ácido fosfórico al 85% para lograr un pH debajo de 3, medio idóneo para la extracción de metales.

1. Al volumen obtenido del extracto acuoso, utilizando la metodología descrita en 4.4.1.1, (aproximadamente: 300 mL) se adicionó 0.1 mL de ácido fosfórico al 85% grado HPLC, con la cual se llevo a pH de 2.75.
2. Continuar con el proceso de Tratamiento del Extracto Acuoso por el Método de Evaporación para obtener el Extracto Sólido. Enunciado en numeral 4.4.1.1.

Debido a la elevación que sufre la línea base del espectro al adicionar un acidulante, no se pudo determinar líneas de emisión definidas para el aluminio (ver figura N° 11). Por esta razón se procedió a efectuar otra modificación en la técnica de extracción.

4.4.5.3 METODOLOGIA 4.

SEPARACION DE ALUMINIO POR FACTOR ION COMUN ⁽¹⁴⁾

Para eliminar las interferencias de otros elementos que están presentes en los extractos y que generan una mayor energía de emisión, se decide utilizar el

método de separación por factor ion común. El Aluminio por su carácter anfótero el pH al que puede precipitarse de forma completa es de 3, por lo que primero se le añade ácido clorhídrico diluido para solubilizar los elementos metálicos y se filtra para realizar la primera separación y luego se hace precipitar con amoníaco diluido obteniéndose un sólido correspondiente a aluminio.

1. Colocar 200 mg de extracto sólido en un beaker de 250 mL
2. Adicionar 35mL de agua destilada y agitar
3. Agregar 10mL de HCl al 10%
4. Ebulir por 3 minutos
5. Agregar 15mL de agua destilada
6. Filtrar con papel filtro de por grueso
7. Adicionar 5mL de amoníaco 6N
8. Ebulir por 3 minutos
9. Filtrar con papel filtro de poro grueso
10. Colocar el sólido obtenido en el filtro en una cápsula de porcelana previamente tarada y secar en estufa a 120 °C por 30 minutos.
11. Colocar en desecador, aproximadamente por 20 minutos.
12. Pesar la capsula de porcelana para obtener el peso del extracto sólido
13. Transferir el extracto sólido a un frasco de vidrio ámbar de 10 g.
14. Almacenar en un desecador con Silica Gel.

Debido a que no se mostró ninguna mejora en los resultados del espectro correspondiente a este extracto (ver figura N° 12). Se procedió a efectuar otra modificación en la técnica de extracción.

4.4.5.4 METODOLOGIA 5.

PRECIPITACIÓN DEL ALUMINIO MEDIANTE SOLUCION REACTIVO DE HIDROXIDO DE SODIO ⁽⁵⁾

Para eliminar las interferencias de otros elementos que están presentes en los extractos, se realizó la adición de hidróxido de sodio, simulando la prueba de identificación utilizada para el aluminio, ya que esta es selectiva para dicho metal.

1. Pesar 20 mg de extracto y colocarlo en un tubo de ensayo
2. Agregar 5mL de agua destilada
3. Agregar 10 gotas de solución reactivo de Hidróxido de Sodio
4. Si se forma un precipitado blanco gelatinoso, es indicador de la presencia de aluminio.
5. Decantar el líquido y utilizar el precipitado para las lecturas.

Debido a que no se mostró ninguna mejora en los resultados del espectro correspondiente a este extracto, aún utilizando el precipitado gelatinoso se procedió a efectuar otra modificación en la técnica de extracción. (Ver figura N° 13).

4.4.5.5 METODOLOGIA 6.

TRATAMIENTO CON VINAGRE (Acido acético al 6%) ⁽¹⁴⁾

Debido a que la solubilidad de metales ligados al agua puede mejorarse también con cambios de pH, se realizó la adición de vinagre para lograr disminuir el pH, medio idóneo para la extracción de metales. Se seleccionó este ácido por ser de uso doméstico.

1. Colocar 1 L de agua potable en la olla.
2. Encender la hornilla de la cocina a fuego medio (intensidad media de la llama)
3. Colocar la tapa de la olla y esperar hasta que el agua presente las primeras burbujas de ebullición (estar pendiente levantando la tapa)
4. Agregar 1 gota de vinagre.
5. Al iniciar la ebullición es el tiempo “cero” para contar los 60 minutos.
6. Luego de transcurridos 10 minutos: quitar la tapa y agitar el agua con una cuchara de madera, durante 30 segundos.
7. Realizar el paso anterior cada 10 minutos, hasta cumplirse los 60 minutos.
8. Una vez se cumple el tiempo estipulado, apagar la hornilla de la cocina.
9. Dejar enfriar durante 2 minutos.
10. Transferir el volumen restante en un beaker de 600 mL **pH resultante: 8.33**

11. Continuar con el proceso de Tratamiento del Extracto Acuoso por el Método de Evaporación para obtener el Extracto Sólido. Enunciado en numeral 4.4.1.1.

A pesar de que se observó una pequeña cresta para el aluminio, esta es disipada por la alta concentración de Cloro (Cl) y Potasio (K) presentes en el extracto, imposibilitando la generación de una carga neta cuantificable (ver figura N° 14). Por esta razón se procedió a efectuar otra modificación en la técnica de extracción.

4.4.5.6 METODOLOGIA 7

TRATAMIENTO CON VARIACION DE pH Y UNIÓN DE DOS EXTRATOS

Por la pequeña cresta observada con la metodología anterior se buscó duplicar la cantidad de extracto y realizar la variación de pH a la vez, con el objetivo de tener una carga neta cuantificable.

1. Colocar 1 L de agua del grifo en la olla.
2. Encender la hornilla de la cocina a fuego medio (intensidad media de la llama)
3. Colocar al tapa de la olla y esperar hasta que el agua presente las primeras burbujas de ebullición (estar pendiente levantando la tapa)

4. Agregar la cantidad de extracto sólido similar (de olla ALSASA usada de 60 minutos, código: ALS-U60E1)
5. Al iniciar la ebullición es el tiempo “cero” para contar los 60 minutos.
6. Luego de transcurridos 10 minutos: quitar la tapa y agitar el agua con una cuchara de madera, durante 30 segundos.
7. Realizar el paso anterior cada 10 minutos, hasta cumplirse los 60 minutos.
8. Una vez se cumple el tiempo estipulado, apagar la hornilla de la cocina.
9. Dejar enfriar durante 2 minutos.
10. Agregar el volumen restante en un beaker de 600 mL o en frasco de vidrio con tapa plástica. **pH resultante: 8.56**
11. El volumen obtenido aproximadamente: 200 mL, se adicionó dos gotas (0.1 mL) de ácido acético, con la cual se llevo a pH de **2.95**.
12. Continuar con el proceso de Tratamiento del Extracto Acuoso por el Método De Evaporación para obtener el Extracto Sólido. Enunciado en numeral 4.4.1.1.

No se observó ninguna mejora con esta metodología, ya que la cresta para el aluminio se disipa por la alta concentración de Cloro (Cl), Potasio (K) y Calcio presentes en el extracto, imposibilitando la generación de una carga neta cuantificable (ver figura N° 15). Por esta razón se procedió a efectuar otra modificación en la técnica de extracción.

4.4.6 ANÁLISIS CUANTITATIVO DE ALUMINIO POR EL MÉTODO ALTERNO DE ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

Ver material y equipo utilizado en Anexo 10

4.4.6.1 Preparación de Curva de Calibración

Del estándar de Aluminio usado se preparo una solución Patrón a una concentración de 100 ppm de Al de la cual se tomaron alícuotas para la elaboración de la curva de calibración.

Se prepararon estándares de aluminio de las concentraciones siguientes:

Estándar 1: 5.0 ppm

Estándar 2: 10.0 ppm

Estándar 3: 15.0 ppm

Estándar 4: 20.0 ppm

Estándar 5: 25.0 ppm

La técnica de preparación se encuentra descrita en el Anexo 11.

4.4.6.2 Preparación de Extractos Sólidos para análisis

1. Pesar 0.1 g de extracto sólido.
2. Colocar el extracto sólido pesado en un balón volumétrico ámbar de 100 mL.
3. Medir 5.0 mL de HNO₃ concentrado tomado en una probeta.
4. Agregar el volumen de HNO₃ concentrado al balón volumétrico
5. Agitar por 5 minutos.

6. Llevar a volumen de 100 mL con HCl al 10%
7. Mantener en agitación mecánica por 10 minutos.
8. Filtrar la muestra con papel filtro whatman N° 42
9. El filtrado claro se utilizo para efectuar las lecturas en el equipo.

Nota: todas las muestras sólidas se trabajaron de la forma antes descrita.

4.4.6.3 Lecturas por Espectrofotometría de Absorción Atómica para la determinación de aluminio en extractos sólidos ⁽⁴⁾

1. Encender el equipo y se programo con todos los parámetros de análisis colocándose la longitud de la Lámpara. (Ver Anexo 12)
2. Encender el compresor a 100 psi
3. Abrir la válvula del cilindro de acetileno para posteriormente purgar el equipo.
4. Purgar el equipo
5. Activar la llama de Acetileno – Aire
6. Regular el tamaño de la llama.
7. Se succiono el Blanco (HCl 10%) con el nebulizador.
8. Calibrar con los estándares de menor a mayor concentración, verificando las lecturas de cada uno de los estándares
9. Proceder a leer las muestras
10. Entre muestra y muestra se realizo lecturas del blanco
11. Finalmente se realizo la impresión de los resultados

V. RESULTADOS Y ANÁLISIS DE RESULTADOS

5.0 RESULTADOS

5.1 RESULTADOS DE OLLAS DE ALUMINIO

5.1.1 OBTENCIÓN DE EXTRACTOS SÓLIDOS

Como resultado de la cocción de agua potable en las muestras de ollas de aluminio, simulando tiempos de exposición de los alimentos y tiempos de uso de los utensilios, se obtuvieron los extractos sólidos por duplicado para cada muestra.

Cuadro Nº 2. Resumen de muestras utilizadas y criterios para la selección de los tiempos de cocción

Muestras	Tiempos de cocción a los que se obtuvieron los extractos	Criterios de selección del tiempo de cocción
Olla ALCAM Nueva	30 minutos	Constituye el tiempo de cocción de verduras
Olla ALCAM Usada Olla ALSASA Nueva	60 minutos	Representa la cocción de algunas sopas conteniendo verduras, carnes rojas o blancas
Olla ALSASA Usada	120 minutos	Tiempo promedio requerido para cocinar sopas de granos como: frijoles

En el cuadro anterior se definen las condiciones de las muestras de ollas de aluminio utilizadas para la obtención de los extractos sólidos

Cuadro N° 3. Resumen Explicativo de la obtención de extractos acuosos y sólidos de las muestras de ollas de aluminio.

Muestra	Medio de extracción	Primer extracto obtenido	Tratamiento	Resultado del Tratamiento	Criterios para efectuar el tratamiento del primer extracto
Ollas	Agua Potable	Extracto Acuoso	Evaporación	Extracto Sólido*	Por medio del método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total es necesario poseer la muestra en estado sólido.

En el cuadro anterior se resume la forma general en que se obtuvieron los 24 extractos sólidos y el blanco correspondiente (*)

Cuadro N° 4. Listado de Códigos y pesos de los Extractos Sólidos obtenidos de Ollas de Aluminio

Correlativo	Código del Extracto	Volumen de Agua utilizado (L)	Peso de extracto sólido obtenido (g)
1	ALS-N30E1	1	0.3176
2	ALS-N30E2	1	0.3607
3	ALS-U30E1	1	0.3763
4	ALS-U30E2	1	0.3692
5	ALS-N60E1	1	0.3248
6	ALS-N60E2	1	0.3363
7	ALS-U60E1	1	0.3809
8	ALS-U60E2	1	0.3695
9	ALS-N120E1	2	0.7053
10	ALS-N120E2	2	0.7813
11	ALS-U120E1	2	0.6481
12	ALS-U120E2	2	0.6321
13	ALC-N30E1	1	0.4620
14	ALC-N30E2	1	0.3009

Cuadro N° 4. Continuación...

Correlativo	Código del Extracto	Volumen de Agua utilizado (L)	Peso de extracto sólido obtenido (g)
15	ALC-U30E1	1	0.4543
16	ALC-U30E2	1	0.4145
17	ALC-N60E1	1	0.3598
18	ALC-N60E2	1	0.3412
19	ALC-U60E1	1	0.3763
20	ALC-U60E2	1	0.4015
21	ALC-N120E1	2	0.7165
22	ALC-N120E2	2	0.7927
23	ALC-U120E1	2	0.6523
24	ALC-U120E2	2	0.7670
25	Blanco	1	0.2560

En el cuadro N° 4 se presentan los 24 extractos sólidos obtenidos y su correspondiente blanco, 12 extractos corresponden a la marca ALSASA (ALS) y 12 que corresponden a la marca ALCAM (ALC), cuyas iniciales están representadas en el código, así como se indican los tiempos de uso (Nueva: N, Usada: U) y los tiempos de cocción (30, 60 y 120 minutos)

Los resultados del peso de los extractos sólidos de ollas de aluminio reflejan que a medida que se aumenta el tiempo de cocción, se obtiene mayor cantidad de extracto sólido, aunque también se debe considerar que se aumenta el volumen del agua utilizada para la extracción.

Al observar los pesos de los extractos sólidos obtenidos de la marca ALSASA para las ollas usadas, a los 30 minutos de cocción, experimentaron un leve aumento en comparación con las ollas nuevas. En los resultados de 60 minutos de cocción se observa la misma tendencia de un leve aumento en los pesos de

las ollas usadas en comparación con las ollas nuevas. Para el tiempo de cocción de 120 minutos el peso del extracto obtenido con olla nueva es mayor al peso resultante de la olla usada.

En el caso de los pesos de los extractos sólidos obtenidos de la marca ALCAM a los 30 minutos de cocción en las ollas usadas experimentaron un leve aumento en comparación con las ollas nuevas. En los resultados de 60 minutos de cocción se observa la misma tendencia de un leve aumento en los pesos de las ollas usadas en comparación con las ollas nuevas. Para el tiempo de cocción de 120 minutos el peso del extracto obtenido con olla nueva es mayor al peso resultante de la olla usada.

Según el análisis de datos, se mantuvo el mismo comportamiento para las dos marcas en los diferentes tiempos de cocción.

Al comparar los resultados de las ollas marca ALSASA y ALCAM, se observa que los pesos de los extracto sólidos de las ollas ALCAM poseen pesos mayores con respecto a las ollas ALSASA.

5.1.2 IDENTIFICACIÓN DE ALUMINIO Y PLOMO EN EXTRACTOS

SÓLIDOS

En el siguiente cuadro se reportan los resultados obtenidos de la identificación, con pruebas de precipitación y coloración, para determinar la presencia o ausencia de aluminio y plomo en los extractos sólidos, en donde:

(+): Indica que la prueba es positiva a la precipitación o coloración esperada, lo que confirma la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

(-): Indica que la prueba es negativa a la precipitación o coloración esperada, lo que descarta la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

Cuadro N° 5. Resultados de las Pruebas de Identificación de Aluminio y Plomo en los Extractos Sólidos de Ollas de Aluminio

N°	Código de Muestra	Pruebas para Aluminio		Pruebas para Plomo	
		Prueba con S.R. de Amoniaco	Prueba con S.R. de Hidróxido de Sodio	Prueba con Cromato de Potasio	Prueba con Yoduro de Potasio
1	ALS-N30E1	+	+	-	-
2	ALS-N30E2	+	+	-	-
3	ALS-U30E1	+	+	-	-
4	ALS-U30E2	+	+	-	-
5	ALS-N60E1	+	+	-	-
6	ALS-N60E2	+	+	-	-
7	ALS-U60E1	+	+	-	-
8	ALS-U60E2	+	+	-	-
9	ALS-N120E1	+	+	-	-
10	ALS-N120E2	+	+	-	-
11	ALS-U120E1	+	+	-	-
12	ALS-U120E2	+	+	-	-
13	ALC-N30E1	+	+	-	-
14	ALC-N30E2	+	+	-	-
15	ALC-U30E1	+	+	-	-
16	ALC-U30E2	+	+	-	-

Cuadro Nº 5. Continuación...

Nº	Código de Muestra	Pruebas para Aluminio		Pruebas para Plomo	
		Prueba con S.R. de Amoniaco	Prueba con S.R. de Hidróxido de Sodio	Prueba con Cromato de Potasio	Prueba con Yoduro de Potasio
17	ALC-N60E1	+	+	-	-
18	ALC-N60E2	+	+	-	-
19	ALC-U60E1	+	+	-	-
20	ALC-U60E2	+	+	-	-
21	ALC-N120E1	+	+	-	-
22	ALC-N120E2	+	+	-	-
23	ALC-U120E1	+	+	-	-
24	ALC-U120E2	+	+	-	-
25	Blanco	-	-	-	-
26	Estándar de Aluminio	+	+	-	-
27	Agua de Estuario para Metales en Traza	-	-	+	+

Las pruebas cualitativas detectaron la presencia de aluminio en todos los extractos de las dos marcas de ollas ALSASA y ALCAM. Para el caso del plomo todos los extractos resultaron negativos, lo cual indica la ausencia de dicho metal.

Estas pruebas fueron realizadas llevando un blanco de agua destilada, un estándar de agua de estuario para metales en traza que contenía Plomo, y una solución estándar de aluminio de 1000 ppm.

5.1.3 ANÁLISIS POR EL MÉTODO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL DE EXTRACTOS SÓLIDOS

En el siguiente cuadro se reportan los resultados obtenidos en el análisis por Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total de los extractos sólidos para determinar la presencia o ausencia de aluminio y plomo, en donde:

(+): Indica la presencia de una cresta visible en el espectro que confirma la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

(-): Indica la ausencia de las crestas correspondientes a los metales en estudio (aluminio o plomo) descartando la posible presencia en el extracto.

Cuadro N° 6. Resultados del análisis de Aluminio y Plomo en los Extractos Sólidos de Ollas de Aluminio

Nº	Código de Muestra	Aluminio	Plomo	Nº de figura correspondiente
1	ALS-N30E1	-	-	Figura N° 5
2	ALS-N60E1	-	-	Figura N° 6
3	ALS-N120E2	-	-	Figura N° 7
4	ALC-N120E2	-	-	Figura N° 8
5	Estándar de Aluminio	+	-	Figura N° 9

En el cuadro anterior se encuentra la referencia de cada extracto sólido obtenido con la metodología 1 y el respectivo espectro que representa gráficamente los resultados obtenidos

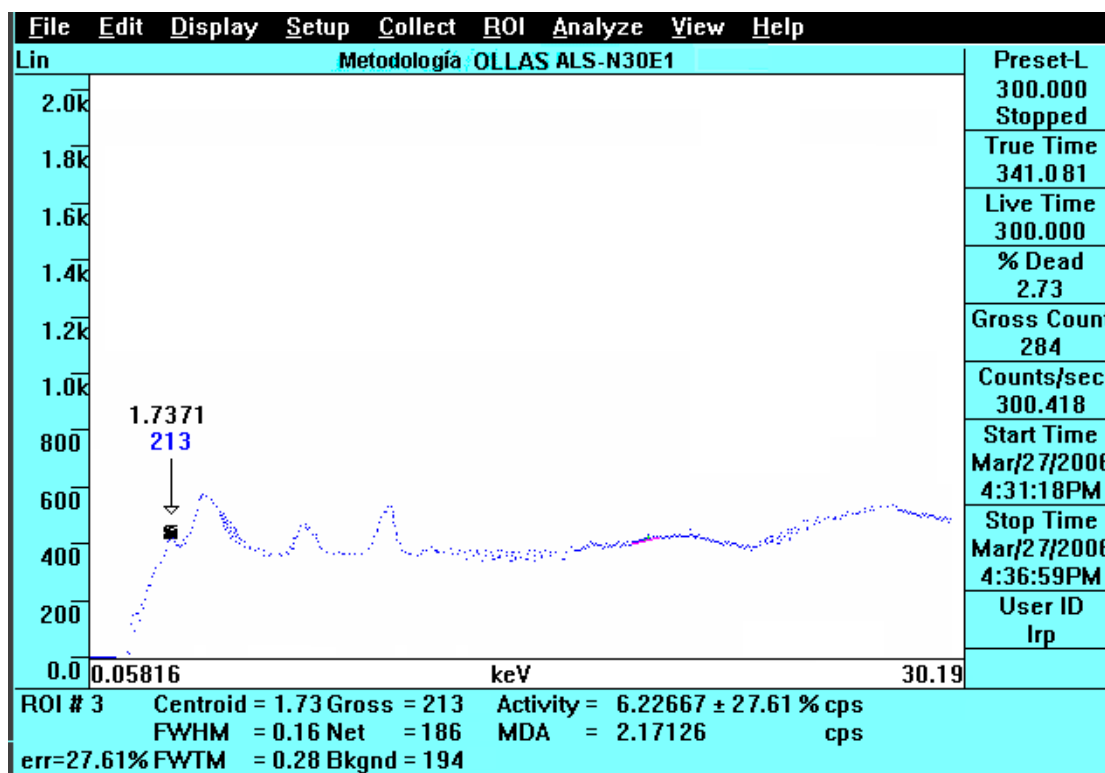


Figura N° 5. Espectro de extracto sólido código: ALS-N30E1

En el espectro únicamente se observa una mínima línea de emisión para el Silicio (Si), pero no se observan crestas visibles para los metales Aluminio y Plomo.

Considerando que este espectro corresponde al menor tiempo de cocción, se buscará evaluar con el siguiente tiempo seleccionado en la investigación (60 minutos), para verificar si al aumentar el tiempo de contacto con la olla, aumenta el desprendimiento de los metales hacia el agua.

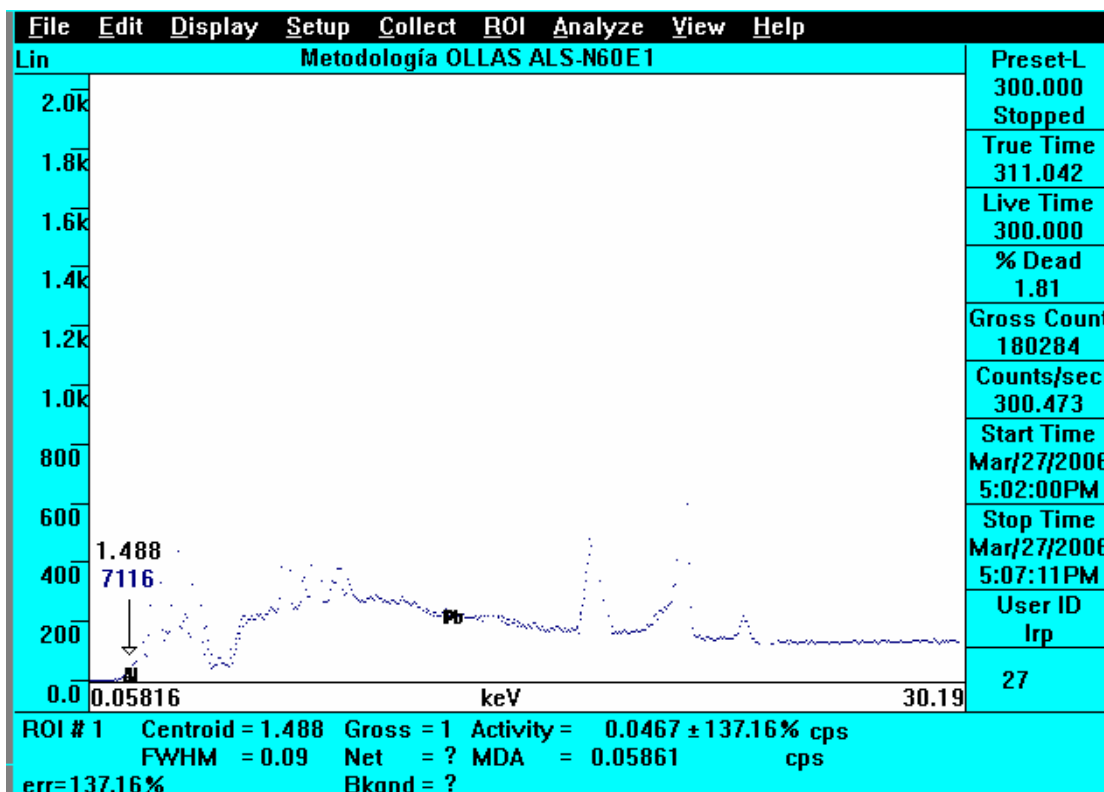


Figura N° 6. Espectro de extracto sólido código: **ALS-N60E1**

Se encuentran identificados los espacios del espectro en el cual deberían estar las líneas de emisión de los metales en estudio:

Al, para el Aluminio, la cual es disipada por la presencia de otras sustancias en el extracto, que generan crestas más altas, disminuyendo así la posibilidad de observar la presencia de este metal.

Pb, para el plomo, que a pesar de la alta sensibilidad del método para la identificación de dicho metal, no presenta una cresta visible en el extracto.

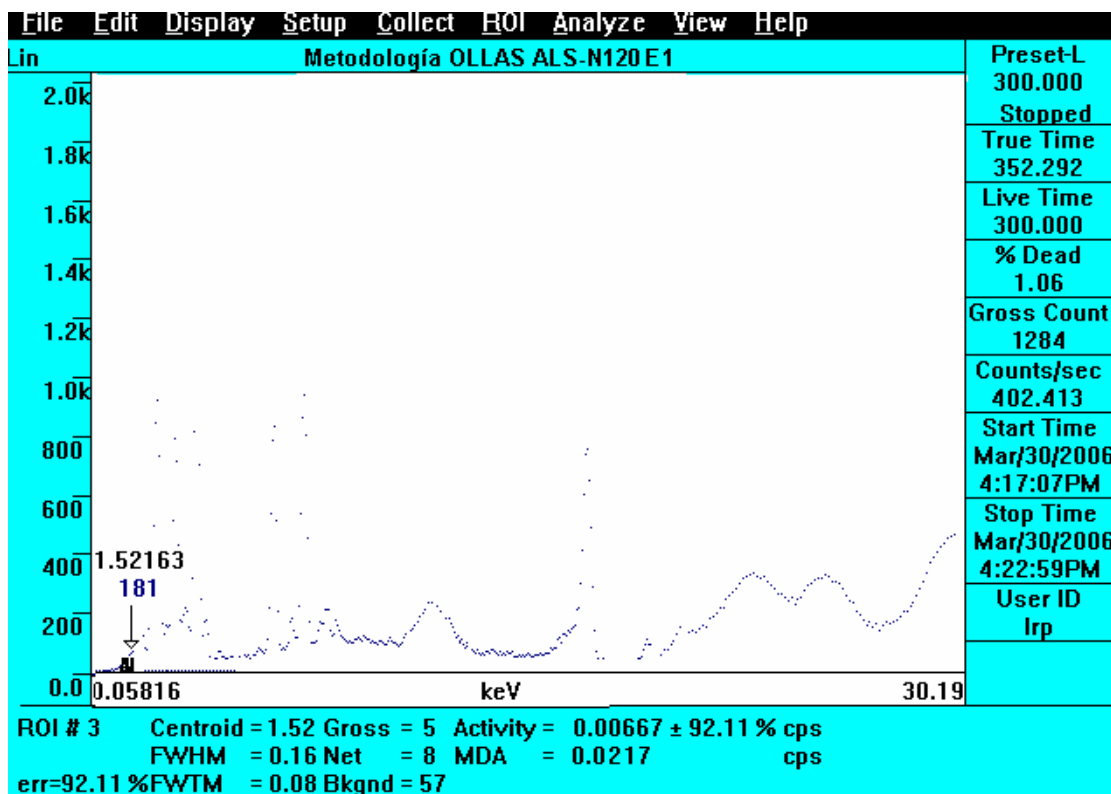


Figura N° 7. Espectro de extracto sólido, código: **ALS-N120E1**

Se encuentra identificado en el espectro el punto donde debería estar la línea de emisión de Aluminio (Al). Tomando en cuenta que el extracto pertenece al mayor tiempo de contacto del agua con la olla, no se logra obtener un área que genera una carga neta cuantificable para los metales en estudio.

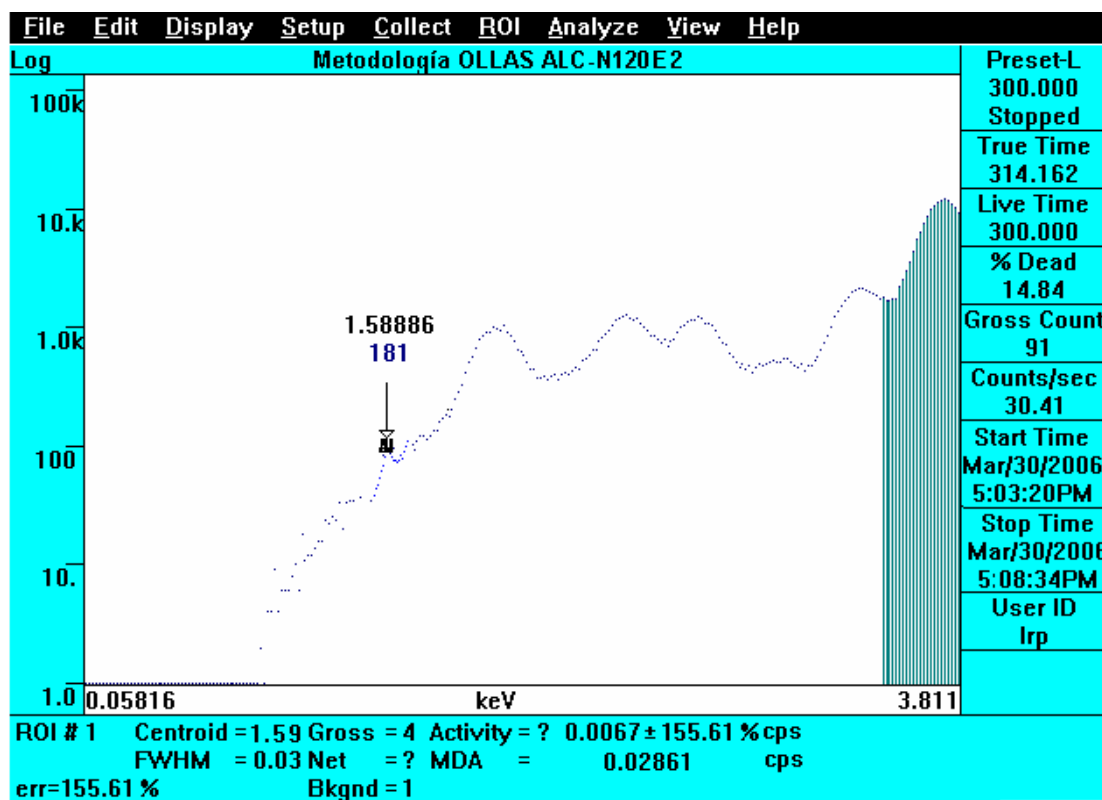


Figura N° 8. Espectro de extracto sólido, código: **ALC-N120E2**

Para este caso se muestra el espectro en escala logarítmica, buscando mejorar la visibilidad de una posible cresta para el Aluminio (Al). Además se buscó disminuir el rango visible del nivel de energías de emisión (límite superior 3.811 keV) con el fin de restringir las crestas visibles de otros elementos presentes en el extracto, que puedan disipar la cresta del aluminio. Aunque se logró observar una pequeña cresta, esta no generó una carga neta detectable por el equipo.

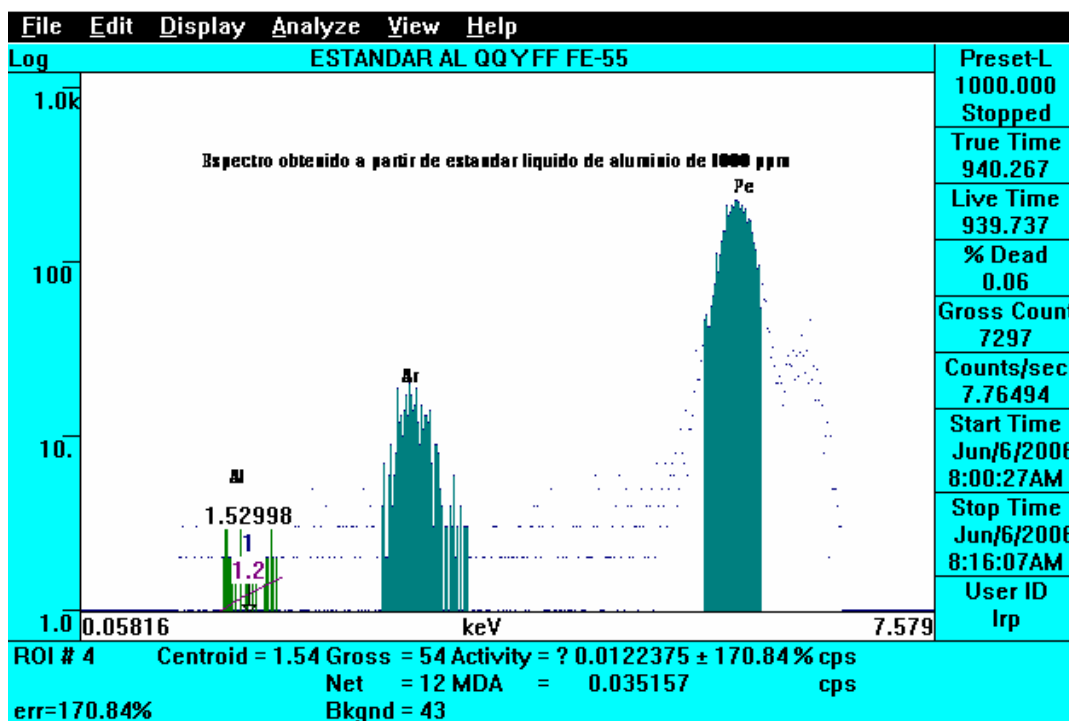


Figura N° 9. Espectro de Estándar de Aluminio de 1000 ppm

Se observa una línea de emisión para el aluminio, lo cual confirma su presencia en el analito. El área bajo la curva o carga neta con un valor de 12, no permite que pueda ser calculada la concentración del aluminio por el equipo.

Las crestas identificadas como: **Ar**, corresponde al Argón, componente del aire.

Fe, corresponde al Hierro utilizado como fuente de rayos X: isótopo Fe-55

Debido a que los resultados obtenidos por fluorescencia de rayos X por Reflexión total no reflejaron la presencia de aluminio o plomo en los extractos, se decidió cambiar algunas variables en el proceso de extracción, siempre cumpliendo con las circunstancias más cercanas a la realidad en la cocina.

5.1.4 VARIACIÓN EN METODOLOGÍA DE EXTRACCIÓN

El siguiente cuadro contiene de forma resumida las variaciones realizadas en la metodología inicial para la obtención de extractos sólidos de las ollas de aluminio.

Cuadro N° 7. Extractos sólidos resultantes por variación de la metodología de extracción.

Muestra	Código inicial de extracto	Código del extracto obtenido bajo las modificaciones en metodología	Peso del Extracto	Metodología utilizada	Modificación en Metodología
Olla ALSASA Nueva	ALS-N120E1 ALS-N120E2	ALS-N120E3	1.2321	Nº 2	Adición de Cloruro de Sodio
Olla ALSASA usada	ALS-U120E1 ALS-U120E2	ALS-U120E3	0.8195	Nº 3	Variación de pH. Acidificando
Olla ALCAM Nueva	ALC-N120E1 ALC-N120E2	ALC-N120E3	0.6984	Nº 4	Separación por factor ión común
Olla ALSASA usada	ALS-U60E1 ALS-U60E2	ALS-U60E3	*	Nº 5	Precipitación de aluminio por NaOH
Olla ALCAM usada	ALC-U60E1 ALC-U60E2	ALC-U60E3	0.6527	Nº 6	Tratamiento con Ácido Acético
Olla ALCAM nueva	ALC-N60E1 ALC-N60E2	ALC-N60E3	0.9562	Nº 7	Adición de 2 muestras y variación de pH

* El peso de esta muestra no fue tomado debido a que corresponde a un precipitado gelatinoso.

Se realizaron 6 metodologías distintas a la planteada inicialmente, buscando obtener extractos bajo condiciones a las cuales cocinan las amas de casa y que a la vez tuvieran la tendencia a mejorar la extracción del aluminio y plomo de las ollas.

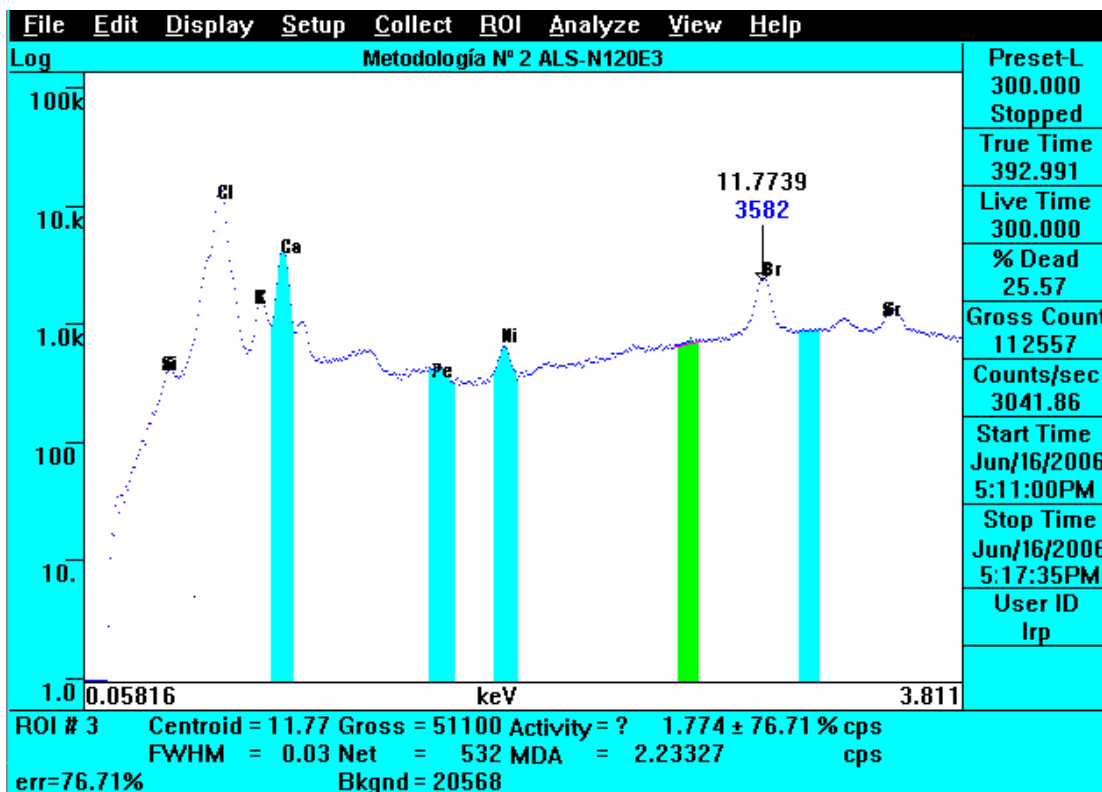


Figura N° 10. Espectro de extracto sólido con código **ALS-N120E3**

Se observan picos correspondientes a la sal común, algunos minerales que son componentes de la tierra: Silicio (Si), Estroncio (Sr) y Circonio (Zr), así como algunos elementos que se encuentran muy frecuentemente en el agua: Potasio (K), Calcio (Ca), Cloro (Cl) y Bromo (Br). No se logran observar líneas de emisión de aluminio, debido a la gran concentración de Cloro (Cl) en el extracto, la línea base del espectro se eleva de tal manera que hace imposible la detección del aluminio.

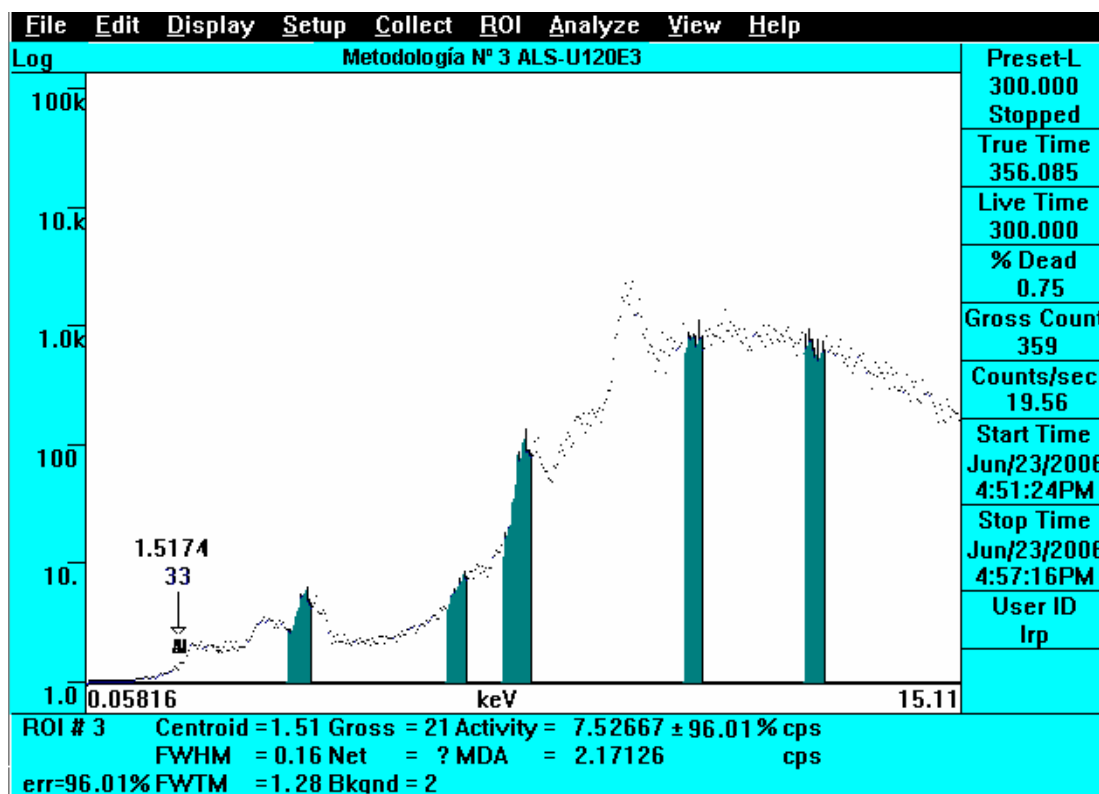


Figura N° 11. Espectro de Extracto Sólido Código: **ALS-U120E3**

A pesar de que el medio idóneo de extracción y análisis para el aluminio es ácido, no fue posible obtener carga neta cuantificable ni cresta visible. Además se observa una elevación de la línea base del espectro que distorsiona la posible identificación del aluminio y plomo.

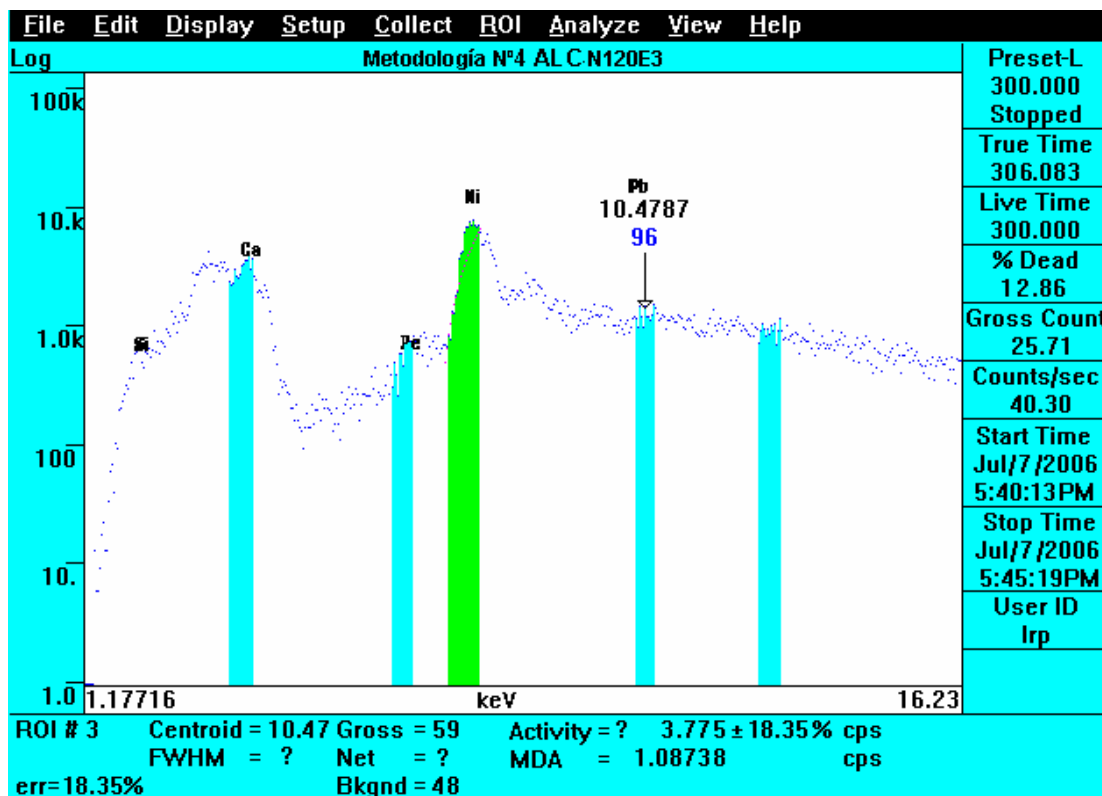


Figura N° 12. Espectro de Extracto Sólido, código: **ALC-N120E3**

La mayoría de crestas visibles en el espectro representan la presencia de los elementos: Calcio (Ca) proveniente del agua potable, Hierro (Fe) componente de la fuente de excitación (Fe-55), Niquel (Ni) componente de la tierra. El Plomo (Pb) no muestra una carga neta cuantificable, a pesar de la alta sensibilidad del método hacia dicho metal; indicando la ausencia de Plomo en el extracto.

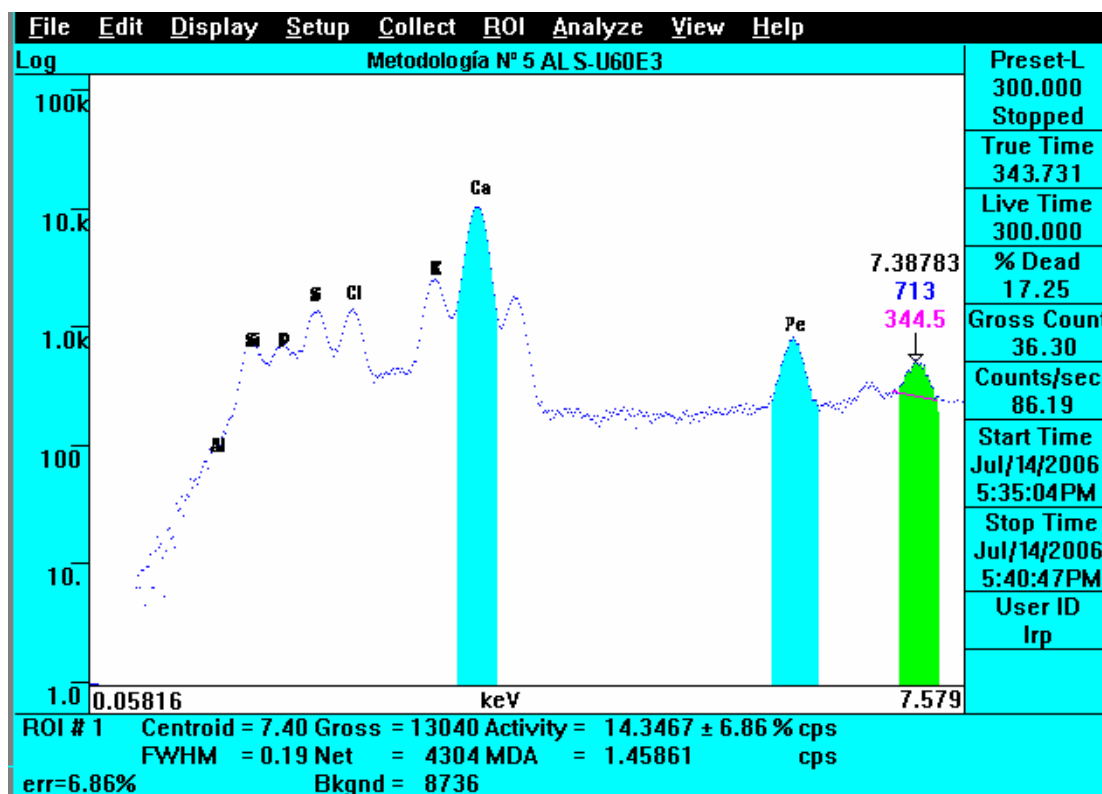


Figura N° 13. Espectro del Extracto Sólido. Código: **ALS-U60E3**

En el espectro se identifica el espacio en el cual se encuentran las líneas de emisión que, debido al tratamiento con Hidróxido de sodio, se muestra la presencia de otras impurezas, por lo cual no se logra definir bien la cresta para el aluminio.

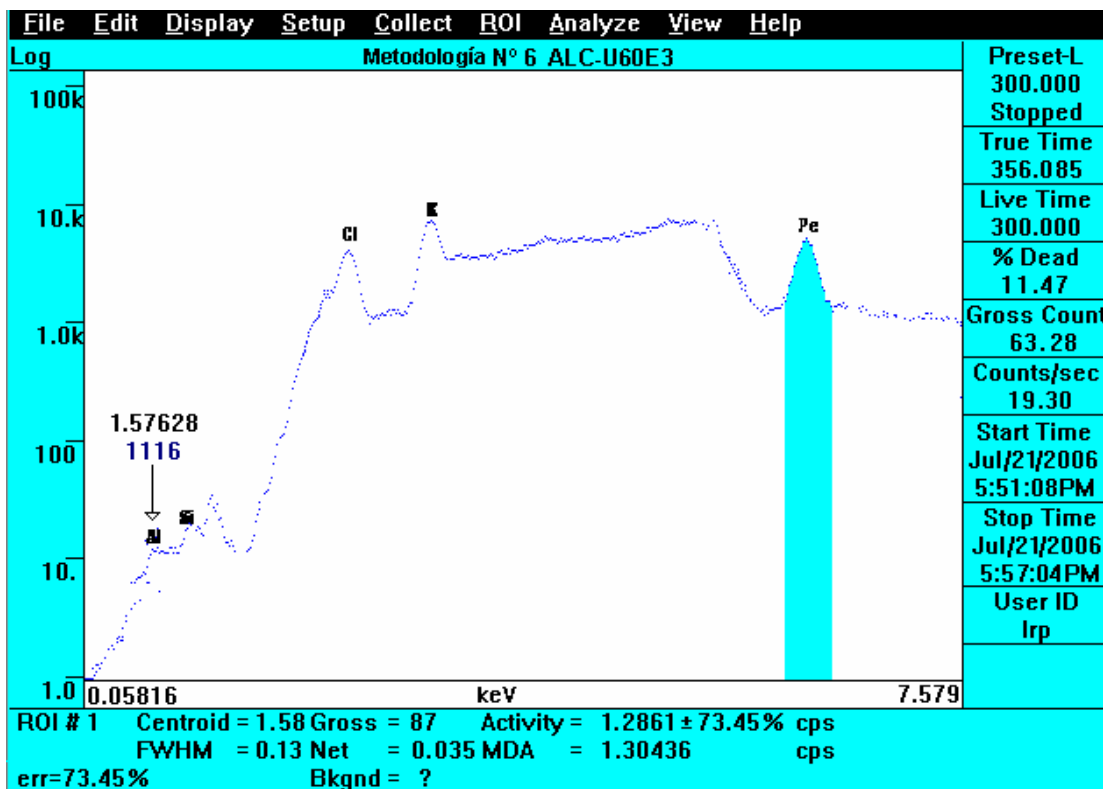


Figura N° 14. Espectro de Extracto Solido Código: **ALC-U60E3**

Se encuentran identificadas las líneas de emisión de Aluminio y Sílice, los cuales no son completamente visibles. El sílice se logra identificar, ya que el portamuestra o cristal reflector está compuesto por dicho elemento.

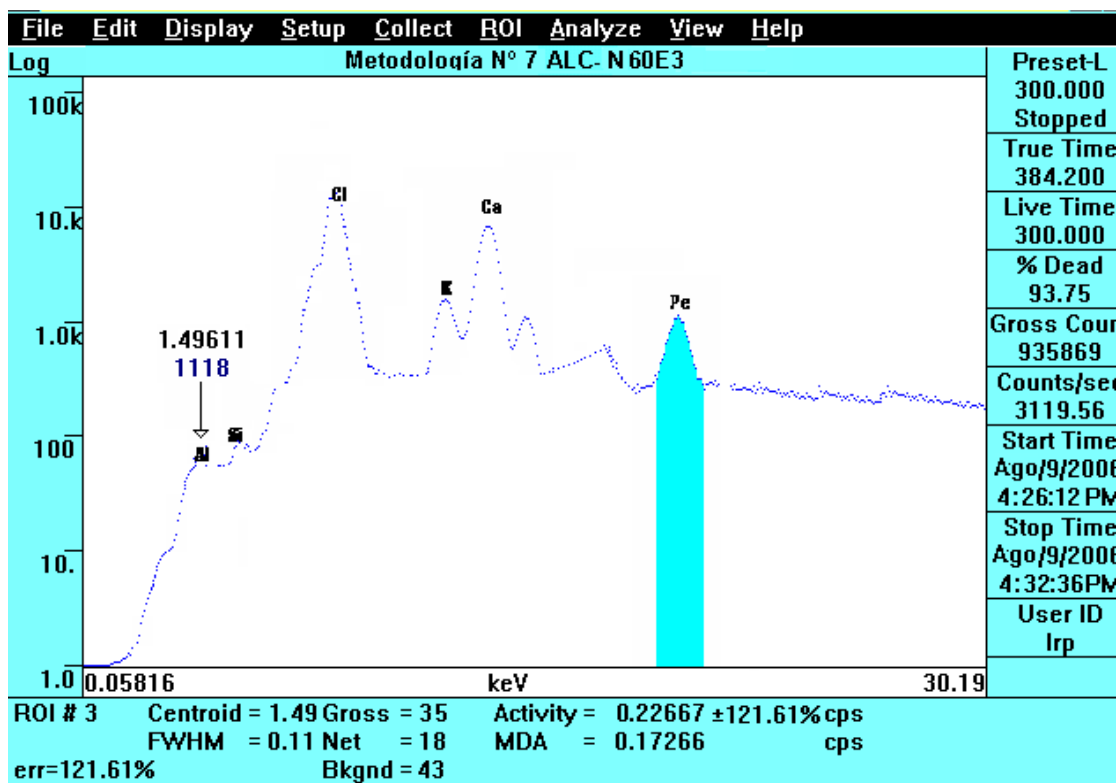


Figura N° 15. Espectro de Extracto Código: **ALC-N60E3**

No se obtuvo mejora en el espectro para la línea de emisión para el aluminio, a pesar que se incrementó la cantidad de agua y se le adicionó otro extracto para su obtención.

Análisis de Resultados Generales para Extractos de Ollas de Aluminio

A pesar que se realizaron variaciones en la técnica de extracción del extracto acuoso en ollas, no se obtuvieron picos o líneas de emisión con la carga neta suficiente que permitieran cuantificar el elemento aluminio en dichos extractos. Únicamente se logró identificar su presencia por los pequeños picos mostrados en algunos espectros, los cuales pueden ser un resultado falso positivo, por la poca definición y el elevado porcentaje de error obtenido en las lecturas. Además se logró comprobar que el plomo no está presente en los extractos de ollas de aluminio, aunque el método posee una alta sensibilidad para la identificación y cuantificación de dicho metal.

5.2 RESULTADOS DE SARTENES DE ALUMINIO

5.2.1 OBTENCIÓN DE EXTRACTOS OLEOSOS

Como resultado de la cocción de aceite vegetal en las muestras de sartenes de aluminio, simulando tiempos de exposición de los alimentos y tiempos de uso de los utensilios, se obtuvieron los extractos oleosos por duplicado para cada muestra.

Cuadro N° 8. Resumen de muestras utilizadas y criterios para la selección de los tiempos de cocción

Muestras	Tiempos de cocción a los que se obtuvieron los extractos	Criterios de selección del tiempo de cocción
Sartén ALCAM Nuevo	5 minutos	Tiempo utilizado para realizar frituras de alimentos que requieren poca cocción
Sartén ALCAM Usada	10 minutos	Para la cocción de algunos alimentos como porciones de carnes blancas o rojas
Sartén ALSASA Nueva		
Sartén ALSASA Usada	15 minutos	Para cocinar alimentos en fritura que requieren mayor tiempo de cocción

En el cuadro anterior se definen las condiciones de las muestras de sartenes de aluminio utilizadas para la obtención de los extractos oleosos.

Cuadro Nº 9. Resumen Explicativo de la obtención de extractos oleosos y digeridos

Muestra	Medio de extracción	Primer extracto obtenido	Tratamiento	Resultado del Tratamiento	Criterios para efectuar el tratamiento del primer extracto
Sartenes	Aceite Vegetal	Extracto Oleoso	Digestión por Microondas	Extracto Digerido*	Por medio del método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total es necesario poseer el analito de tal forma que se le pueda agregar estándar de galio como parámetro de concentración conocida

En el cuadro anterior se resume la forma general en que se obtuvieron los 24 extractos sólidos y el blanco correspondiente (*)

5.2.2 IDENTIFICACIÓN DE ALUMINIO Y PLOMO EN EXTRACTOS OLEOSOS

En el siguiente cuadro se reportan los resultados obtenidos de la identificación, con pruebas de precipitación y coloración, para determinar la presencia o ausencia de aluminio y plomo en los extractos sólidos, en donde:

(+): Indica que la prueba es positiva a la precipitación o coloración esperada, lo que confirma la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

(-): Indica que la prueba es negativa a la precipitación o coloración esperada, lo que descarta la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

Cuadro N° 10. Resultados de las pruebas de identificación de aluminio y plomo en los extractos digeridos de las sartenes de aluminio

Código de Muestra	Pruebas para Aluminio		Pruebas para Plomo	
	Prueba con S.R. de Amoniaco	Prueba con S.R. de Hidróxido de Sodio	Prueba con Cromato de Potasio	Prueba con Yoduro de Potasio
ALS-N05E1	+	+	-	-
ALS-N05E2	+	+	-	-
ALS-U05E1	+	+	-	-
ALS-U05E2	+	+	-	-
ALS-N10E2	+	+	-	-
ALS-N10E1	+	+	-	-
ALS-U10E2	+	+	-	-
ALS-U10E1	+	+	-	-
ALS-N15E1	+	+	-	-
ALS-N15E2	+	+	-	-
ALS-U15E1	+	+	-	-
ALS-U15E2	+	+	-	-
ALC-N05E1	+	+	-	-
ALC-N05E2	+	+	-	-
ALC-U05E1	+	+	-	-
ALC-U05E2	+	+	-	-
ALC-N10E1	+	+	-	-
ALC-N10E2	+	+	-	-
ALC-U10E1	+	+	-	-
ALC-U10E2	+	+	-	-
ALC-N15E1	+	+	-	-
ALC-N15E2	+	+	-	-
ALC-U15E1	+	+	-	-
ALC-U15E2	+	+	-	-
Blanco	-	-	-	-
Estándar de Aluminio	+	+	-	-
Agua de Estuario para metales en traza	-	-	+	+

Las pruebas cualitativas resultaron positivas para la presencia de aluminio en todos los extractos digestados de las dos marcas ALSASA y ALCAM. Para el caso del plomo no se detecta en todos los extractos resultaron negativos.

Estas pruebas fueron realizados llevando un blanco de aceite vegetal digestado y una muestra de agua de estuario para metales en traza que contenía Plomo, y otra muestra de estándar de aluminio de 1000 ppm, para los cuales son representados los resultados en el cuadro anterior.

5.2.3 ANÁLISIS POR EL MÉTODO DE FLUORESCENCIA DE RAYOS X POR REFLEXIÓN TOTAL DE EXTRACTOS DIGESTADOS

En el siguiente cuadro se reportan los resultados obtenidos en el análisis por Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total de los extractos digeridos para determinar la presencia o ausencia de aluminio y plomo, en donde:

(+): Indica la presencia de una cresta visible en el espectro que confirma la posible presencia del metal (aluminio o plomo) en el extracto.

(-): Indica la ausencia de las crestas correspondientes a los metales en estudio (aluminio o plomo) descartando la posible presencia en el extracto.

Cuadro N° 11. Resultados del análisis de aluminio y plomo en los extractos digeridos de ollas de aluminio

Nº	Código de Muestra	Aluminio	Plomo
1	ALS-N15E1	-	-
2	ALS-U15E1	-	-
3	ALC-U15E1	-	-
4	Blanco	-	-

Después de obtener los resultados de las pruebas cualitativas se procedió a realizar el análisis cuali-cuantitativo por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total y se realizaron solamente 3 análisis, para los extractos que se encuentran definidos en el cuadro N° 12. Se utilizó además estándares de referencia de Agua de Estuario para metales en traza, que contiene 0.27 mg/L de plomo, el cual resultó positivo dando una línea de emisión característica para dicho metal.

Se realizaron los análisis de 3 extractos digeridos inicialmente y debido a que no presentan líneas de emisión con un área significativa para que pueda ser cuantificada por el método de fluorescencia de rayos x por reflexión total para los metales aluminio y plomo, no se continuaron efectuando los análisis de los siguientes extractos.

A continuación se presentan los espectros resultantes de cada uno de los análisis:

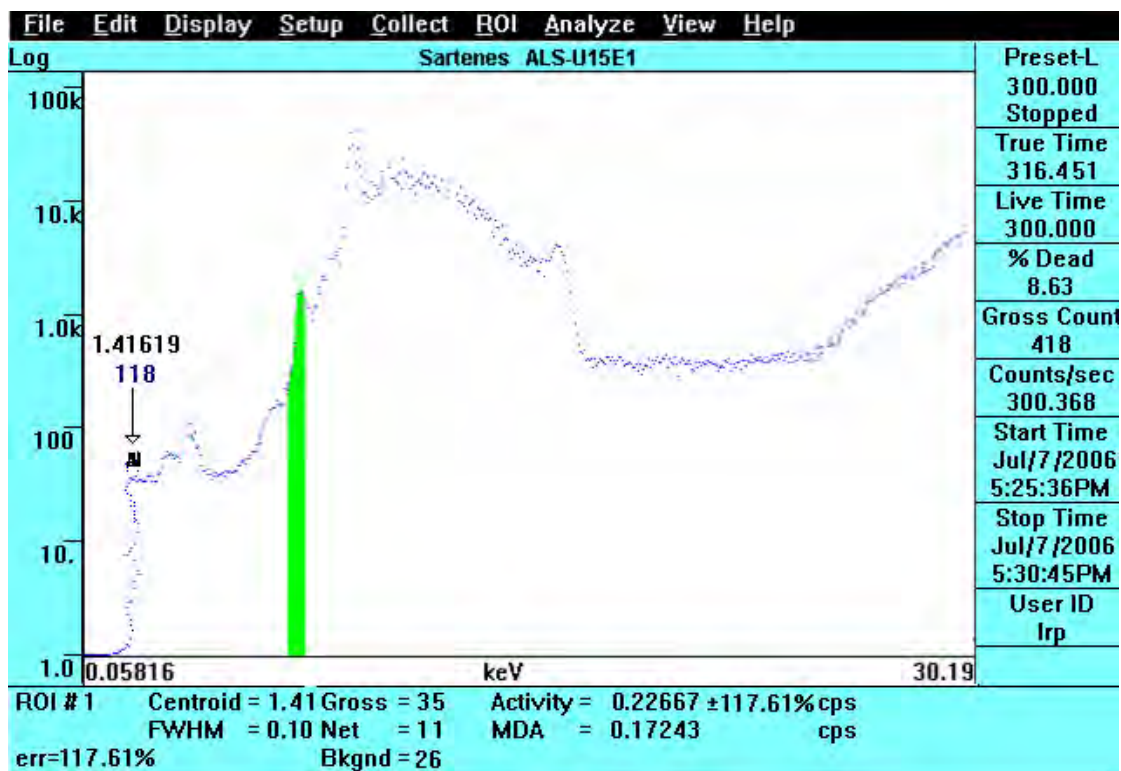


Figura N° 16. Espectro de Extracto Digestado de Muestra de sartén de aluminio.

Código analizado: **ALS-U15E1**

En general se observa una elevación de la base del espectro, efecto que puede estar influyendo en la prolongación de la escala lineal de la energía, lo cual dificulta observar el área bajo la curva para el aluminio.

Este efecto de elevación de línea base se debe al efecto de retrodispersión del rayo x de excitación.

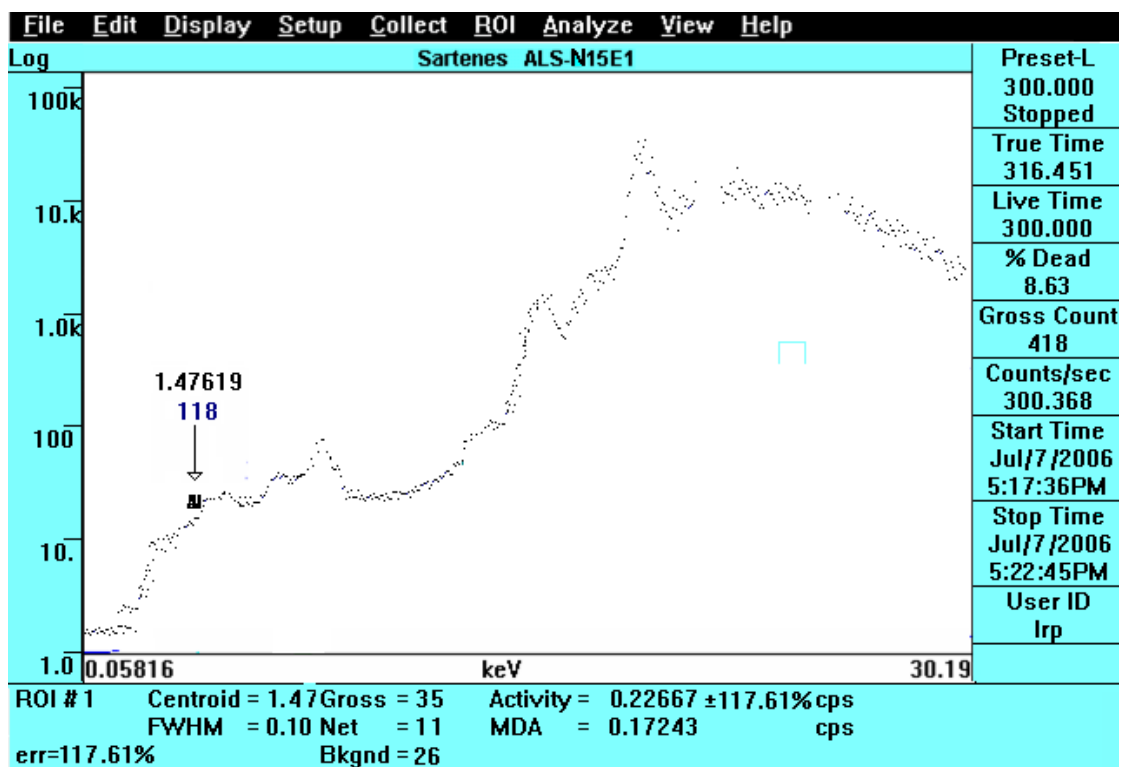


Figura N° 17. Espectro de Extracto Digestado de Muestra de sartén de aluminio.

Código analizado: **ALS-N15E1**

Nuevamente se observa una elevación de la base del espectro, efecto que puede estar influyendo en la prolongación de la escala lineal de la energía, lo cual, como se indica en el espectro, no se observa el área bajo la curva para el aluminio (Al).

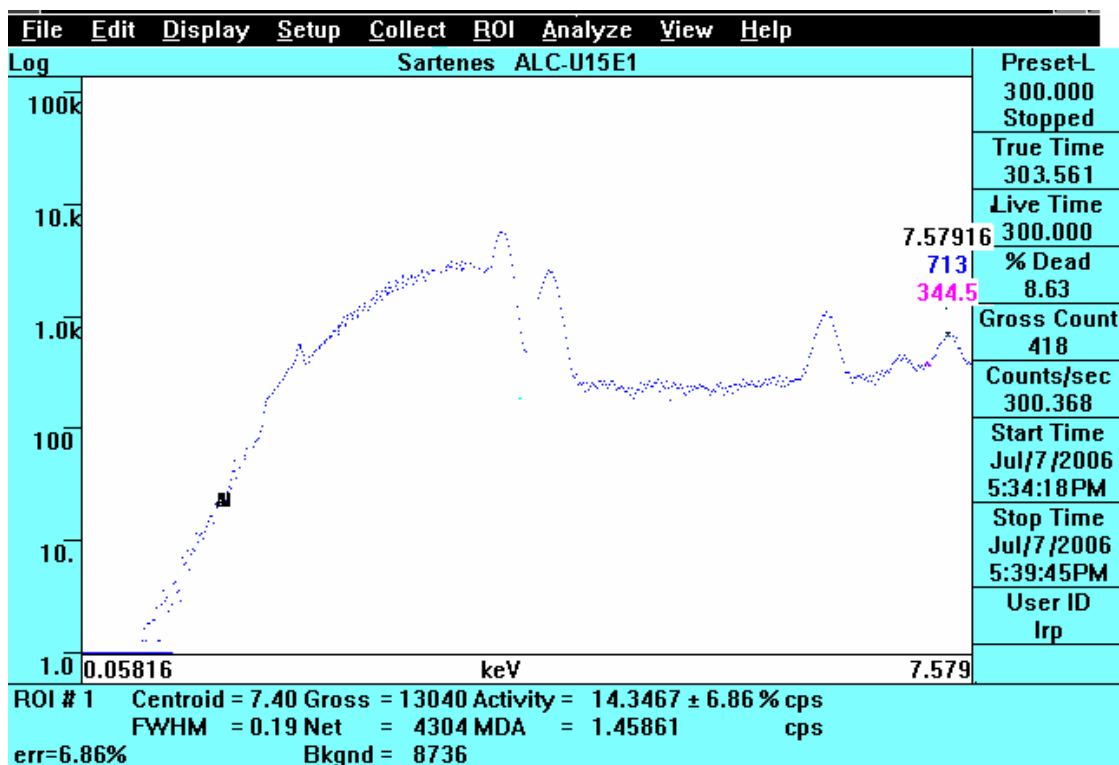


Figura N° 18. Espectro de Extracto Digestado de Muestra de sartén de aluminio.

Código analizado: **ALC-U15E1**

Nuevamente se observa una elevación de la base del espectro, efecto que puede estar influyendo en la prolongación de la escala lineal de la energía, lo cual, como se indica en el espectro, no se observa el área bajo la curva para el aluminio (Al). Aun modificando el tipo de escala, de lineal a logarítmica, no se observa ninguna mejora en el resultado 0.5 L

5.3 RESULTADOS DEL ANÁLISIS POR MEDIO DE ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.

Al analizar por medio del método de Fluorescencia de Rayos x por Reflexión Total los extractos obtenidos por las diversas metodologías no se mostraron resultados cuantificables de la presencia de los metales en estudio. Por esta razón se decidió utilizar el método analítico específico: Espectrofotometría de Absorción Atómica con Detector de Llama para la determinación de aluminio. Los extractos seleccionados para este análisis corresponden a los obtenidos de las ollas de aluminio, tomando en cuenta las variables de estudio, considerando los 2 tiempos de uso de las ollas y 2 tiempos de cocción (30 y 120 minutos) Resultado del análisis se presentan en el Anexo 13 las tablas de datos crudos y gráficos obtenidos de las lecturas del equipo, cuya emisión la realiza el software del equipo y a continuación se presentan los cuadros con los resultados promedios de cada uno de los extractos:

Cuadro N° 12. Tabulación de Resultados de Análisis de Extractos Sólidos por Espectrofotometría de Absorción Atómica

Marca	Código de Muestra	Datos individuales Concentración de Al (lectura del equipo) (mg/L)	Promedio de la Concentración de Al (lectura del equipo) (mg/L)
ALSASA	ALS-N120E1	0.133	0,511
		0.519	
		0.881	
	ALS-U120E1	0.239	0,383
		0.526	
	ALS-U30E1	0.255	0,405
		0.374	
0.382			
0.417			
ALCAM	ALC-N120E1	0.539	0,510
		0.492	
		0.277	
		0.731	
	ALC-U120E1	1.214	1.583
		1.951	
	ALC-N30 E1	10.680	10.945
		11.210	

En el cuadro N° 12 se presentan los datos individuales resultantes del análisis para los extractos de ollas de aluminio, así como los promedios de los mismos, dicho promedio es el que se utilizó para efectuar los cálculos respectivos.

Cuadro N° 13. Resultados de concentraciones obtenidas por análisis de Espectrofotometría de Absorción Atómica

Marca	Código de Muestra	Volumen de agua utilizado para obtener el extracto	Peso (mg)	Concentración de Al (lectura del equipo) (mg/L)	Concentración de Al en extracto analizado (0.1g) (mg/L)	Concentración de Al en cantidad total del extracto (mg/L)
ALSASA	ALS-N120E1	2 L	705.3	0.511	0,051	0,360
	ALS-U120E1	2 L	648.1	0.383	0,038	0,248
	ALS-U30E1	1L	376.3	0.405	0,041	0,152
ALCAM	ALC-N120E1	2 L	716.5	0.510	0,051	0,365
	ALC-U120E1	2 L	652.3	1.583	0,158	1,033
	ALC-N30 E1	1L	462.0	10.945	1,095	5,057

Cuadro N° 14. Resultados de las concentraciones por litro de agua obtenidas por análisis de Espectrofotometría de Absorción Atómica

Marca	Código de Muestra	Concentración de Al por Litro de agua utilizado (mg/L)
ALSASA	ALS-N120E1	0,180
	ALS-U120E1	0,124
	ALS-U30E1	0,152
ALCAM	ALC-N120E1	0,183
	ALC-U120E1	0,516
	ALC-N30 E1	5,057

CÁLCULOS

Para obtener los datos de Concentración de aluminio en el extracto se utilizó la metodología siguiente:

– Concentración de Aluminio en muestra del extracto sólido sometido a análisis

La dilución se realizó:

0.1 g de extracto sólido \longrightarrow 100 mL \equiv (0.1 L)

Factor de Dilución = 0.1

Cantidad de Aluminio en 0.1 g de Extracto = Concentración en mg/L x FD

Donde:

Concentración en mg/L = es la lectura dada por el equipo

FD = Factor de Dilución

Cantidad de Aluminio en 0.1 g de Extracto sólido = 0.511 mg/L x 0.1

Cantidad de Aluminio en 0.1 g de Extracto sólido = **0.051 mg**

– Concentración de Aluminio en Extracto Sólido

$$\text{Cantidad de Al en Extracto sólido (mg)} = \frac{\text{Cantidad de Aluminio en 0.1 g de Extracto} \times \text{Peso de Extracto Sólido}}{\text{Peso del extracto sometido a análisis}}$$

$$\text{Cantidad de Al en Extracto s\u00f3lido (mg)} = \frac{0.051 \text{ mg} \times 705.3 \text{ mg}}{100 \text{ mg}}$$

Cantidad de Al en Extracto s\u00f3lido (mg) = **0.360 mg** en el extracto obtenido por 120 minutos
(2 Litros de agua)

– **Concentraci\u00f3n de Aluminio por litro de agua**

$$\text{Conc. de Al por 1L de Agua} = \frac{\text{Cantidad de Aluminio en el Extracto s\u00f3lido}}{\text{Volumen de agua utilizado para la extracci\u00f3n}}$$

$$\text{Conc. de Al por 1 L de agua} = \frac{0.360 \text{ mg}}{2 \text{ L}}$$

Concentraci\u00f3n de Al por 1 L de agua = **0.180 mg/L**

En los cuadros N\u00b0 13 y N\u00b0 14 se presentan los resultados obtenidos para los extractos analizados por el m\u00e9todo de Espectrofotometr\u00eda por Absorci\u00f3n At\u00f3mica. Se sometieron a dicho an\u00e1lisis, extractos del tiempo m\u00e1ximo de cocci\u00f3n (120 minutos) y del tiempo m\u00ednimo de cocci\u00f3n (30 minutos), de cada una de las marcas (ALSASA y ALCAM) y para cada uno de los tiempos de uso (Nuevas y Usadas); esto se efectu\u00f3 as\u00ed, con el objetivo de evaluar los resultados contemplando todas las variables utilizadas en el estudio.

En el cuadro N° 13 se exponen los resultados de las concentraciones de aluminio dadas por las lecturas del equipo, así como las concentraciones finales para cada extracto, considerando factor de dilución empleado en el análisis.

En el cuadro N° 14 se presentan las concentraciones de aluminio por litro de agua empleado para obtener el extracto.

Al comparar los resultados obtenidos contra lo establecido por “Guidelines for Drinking Water Quality OMS, 1996”, al igual que la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04 ⁽⁸⁾ (Ver Anexo 14 y 16) la concentración de aluminio permisible en agua potable que es de 0.2 mg/L, se obtiene que los extractos que se salen de dicha especificación, corresponden a: Extracto obtenido a 120 minutos de Olla marca ALCAM Usada (ALC-U120E1) y Extracto obtenido a 30 minutos de Olla marca ALCAM Nueva (ALC-N30E1). Lo que indica que hay una tendencia que se esté consumiendo cantidades de aluminio arriba de los niveles permisibles para el consumo humano, independientemente el tiempo de cocción al que sea sometido el alimento.

Los niveles de toxicidad del aluminio reportados en una investigación realizada en los Estados Unidos ⁽⁶⁾, los cuales son

Toxicidad Baja	de	1	a	10 ppm de aluminio
Toxicidad Mediana	de	10	a	30 ppm de aluminio
Toxicidad Alta	de	30	o	más ppm de aluminio ⁽¹⁰⁾

De acuerdo a esos niveles de toxicidad, al compararlos con los resultados obtenidos por litro de agua, se establece que únicamente el extracto ALC-N30 E1 posee un nivel de concentración de aluminio correspondiente a una toxicidad baja, pero este metal por tener un efecto acumulativo en el organismo, representa un factor de riesgo para la presencia de enfermedades como: degeneración ósea, anemia, enfermedades gastrointestinales que no poseen un origen definido y posiblemente Alzheimer.

En cuanto a la poca reproducibilidad de los datos obtenidos conviene indicar que éstos varían en función de las concentraciones a detectar en la muestra.

No es lo mismo estudiar un analito que contenga un componente mayoritario que puede estar en el orden de gramos o g/L, que sustancias que pueden aparecer al estado de trazas, como es el caso de los contaminantes como el aluminio donde la concentración puede estar en el orden de ppm ($\mu\text{g}/\text{mL}$) e incluso ppb (ng/L).

En este sentido, Kolthoff y Horwitz⁽⁴⁾ indican diferentes coeficientes de variación (CV) en función del porcentaje de análisis de la muestra.

Tabla N° 3. Máximos de Coeficientes de Variabilidad (CV) permitidos en análisis de elementos en traza según Kolthoff y Horwitz.

Porcentaje de analito en la muestra CV	CV(%) Máximo KOLTHOFF	CV(%) Máximo HORWITZ
100	0,1-0,3	2
50	0,3	2,2
10	1	2,8
1	2-5	4
0,1	5-10	5,7
0,01-0,001	10	8-11,3
0,0001	-----	16

Según estos autores, para el elemento aluminio que se encuentra en el límite de 0.2 ppm (0,0002%) como máximo admitido por las regulaciones internacionales para el agua potable. Para Kolthoff no hay límite de CV, por lo cual se justifica los Coeficientes de variación o RSD que se están manejando en los resultados obtenidos en ésta investigación.

Por ser la Organización Mundial de la Salud (OMS) una entidad reguladora internacional, y al evaluar que el límite permisible de Aluminio para agua potable es igual al dado por la Norma Salvadoreña Obligatoria, se decide tomar la primera como referencia en esta investigación.

VI. CONCLUSIONES

6.0 CONCLUSIONES

- 6.1 Los extractos sólidos de las ollas se obtuvieron por el método de Evaporación y los extractos digestados de las sartenes por el método Digestión por Microondas, lo que permitió que los análisis cualitativos y cuantitativos se llevaran a cabo sin ningún tipo de interferencias.
- 6.2 Se identificó la presencia del elemento: Aluminio, a través de pruebas preliminares de coloración y precipitación. El plomo no se logró identificar con ningún método.
- 6.3 No fue posible determinar la presencia de aluminio en los extractos analizados por el Método de Fluorescencia de Rayos X por Reflexión Total, debido a: Baja producción de Fluorescencia del elemento aluminio, disipación de la señal en el ambiente antes de llegar al detector y por la presencia de otros elementos en los extractos.
- 6.4 En las ollas y sartenes de aluminio ALSASA y ALCAM no se encuentra presente el plomo, lo cual fue comprobado por el método de Rayos X por Reflexión Total que posee una alta sensibilidad para la determinación de este metal.
- 6.5 Los extractos obtenidos de las muestras nuevas desprenden mayor cantidad de aluminio a los medios de cocción que las usadas, tanto ALSASA como ALCAM, debido a que el recubrimiento que poseen al finalizar su proceso de fabricación se mantiene hasta su primer enjuague

- 6.6 Todos los extractos de ollas presentaron lecturas de concentración de aluminio, pero las muestras de ollas ALCAM resultaron con mayores cantidades de aluminio en sus extractos que las ollas ALSASA.
- 6.7 Según lo establecido por "Guidelines for Drinking Water Quality OMS, 1996", el límite permisible para agua potable es de 0.2 mg/L, los extractos: ALC-U120E1 (Olla ALCAM usada) y ALC-N30E1 (Olla ALCAM nueva) se salen de dicha especificación, lo que indica que hay una tendencia que se esté consumiendo cantidades de aluminio arriba de los niveles permisibles para el consumo humano, independientemente del tiempo de cocción al que sea sometido el alimento.
- 6.8 El consumo del aluminio en los alimentos puede ocasionar enfermedades como: degeneración ósea, anemia, enfermedades gastrointestinales que no poseen un origen definido y Alzheimer, que posiblemente no se presenten a corto plazo, pero este metal tiene un efecto acumulativo en el organismo, por lo que representa un factor de riesgo alto utilizar los recipientes de las marcas estudiadas.

VII. RECOMENDACIONES

7.0 RECOMENDACIONES

- 7.1 Para futuros estudios de metales utilizar el método de Espectroscopia de Absorción Atómica con Horno de Grafito, debido a que este método detecta concentraciones de elementos en traza.
- 7.2 Para un estudio posterior se debe llevar a cabo con mayores tiempos de cocción, así como utilizar alimentos para realizar las extracciones, con el fin de comprobar su influencia directa en el desprendimiento de aluminio de las ollas y sartenes hacia el alimento e investigar la cantidad de aluminio que se adhiere a ellos y analizarlo por Absorción Atómica.
- 7.3 Se debe realizar estudios similares utilizando otras marcas de ollas y sartenes de aluminio que se encuentran en el mercado. Además, estudiar utensilios de otros materiales como: teflón, peltre, entre otros.
- 7.4 A la población en general se le indica no utilizar recipientes de aluminio para cocinar, debido al desprendimiento de aluminio, en donde los niveles de toxicidad representan un factor de riesgo alto para la salud
- 7.5 En la preparación de alimentos que necesiten condimentar con limón, sal común y vinagre, no usar utensilios de aluminio, ya que proporciona el medio ideal para la extracción de los metales que forman parte de su revestimiento.

BIBLIOGRAFÍA

1. Ayres G.H. 1970, Análisis Químico Cuantitativo. México D.F. Editoriales del Castillo. p. 249
2. Cala J.A. 1945. MEDICINA LEGAL Y TOXICOLOGÍA. 5ª Edición. Editorial Masson. Páginas: 60 – 64, 45 – 50.
3. Curci, Osvaldo H.1994. TOXICOLOGÍA. 2ª Edición. Libreros López Editores. Páginas: 12 - 20
4. De la Rubia Comos, JM. 2001. Determinación de Aluminio en líquidos concentrados de hemodiálisis por Espectrofotometría de Absorción Atómica, Memoria para optar al grado de Doctor, Madrid, España. Universidad Complutense de Madrid.
5. Facultad de Química y Farmacia. Manual de Química Legal y Análisis Toxicológico. Facultad de Química y Farmacia. Universidad de El Salvador. 2004
6. Larreynaga de Torres, R. G., 1988. Determinación por absorción atómica del contenido total de plomo por agotamiento en loza vidriada en medio ácido y medio alcalino, Tesis. Lic. Químico Farmacéutico, San Salvador, El Salvador. Universidad Nueva San Salvador.
7. Mendoza Serrano, F. J. 1978. Determinación por absorción atómica de niveles de contaminación por plomo en aguas potables de El Salvador. Tesis. San Salvador. El Salvador Universidad de El Salvador

8. MSPAS (Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social). 2006. Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04 Agua. Agua Potable. Diario Oficial Tomo No. 370, número 23. El Salvador
9. United States Pharmacopeial Convention, Inc. USP XXV. 2003. "The Official Compendia of Standards". Canadá, 2003. Página 1042
10. <http://www.atsdr.cdc.gov/es/toxfaqs.html>
11. <http://www.bvsde.ops.oms.org/bvsatr/fulltext/tratamiento/manuall/tomol/unno.pdf>
12. <http://infoleg.mecon.gov.ar/txtnorma/dto202-2003-54.htmv>
13. <http://media.payson.tulane.edu:8086/spanish/envsp/Vol341.htm>
14. http://www.minem.gob.pe/archivos/dgm/publicaciones/cursos_taller/auditorio/Metales_archivos/frame.htm
15. <http://www.oico.com>
16. <http://ponce.inter.edu/cai/reserva/jvelazquez/metoxico.htm>
17. <http://www.proyectosfindecarrera.com/intoxicacion.htm>
18. <http://www.unl.edu.ar/eje.php>

ANEXOS

Anexo N° 1.

Tabla de Energías de emisión de rayos X (Kev) ⁽¹²⁾

Tabla N° 4. Energías de Emisión de Rayos X (Kev)

Numero Atómico	K α	K β	L α	L β_1	L β_2	L γ_1	Numero Atómico	K α	K β	L α	L β_1	L β_2	L γ_1	M α
1 H							50 Sn	25.191	28.467	3.443	3.682	3.904	4.130	
2 He							51 Sb	26.271	29.706	3.604	3.843	4.100	4.347	
3 Li							52 Te	27.377	30.974	3.769	4.029	4.301	4.570	
4 Be							53 I	28.506	32.272	3.937	4.220	4.507	4.800	
5 B							54 Xe	29.668	33.599	4.109				
6 C	0.277						55 Cs	30.851	34.961	4.286	4.619	4.935	5.279	
7 N	0.392						56 Ba	32.061	36.354	4.465	4.825	5.156	5.530	
8 O	0.525						57 La	33.299	37.771	4.650	5.041	5.383	5.788	0.833
9 F	0.677						58 Ce	34.566	39.223	4.839	5.261	5.612	6.061	0.883
10 Ni	0.848						59 Pr	35.860	40.711	5.033	5.468	5.849	6.321	0.929
11 Na	1.041	1.067					60 Nd	37.182	42.231	5.229	5.721	6.088	6.602	0.978
12 Mg	1.253	1.295					61 Pm	38.532	43.783	5.432	5.960	6.338	6.891	
13 Al	1.488	1.563					62 Sm	39.111	45.366	5.636	6.204	6.588	7.177	1.061
14 Si	1.739	1.829					63 Eu	41.320	46.967	5.845	6.465	6.842	7.479	1.131
15 P	2.013	2.136					64 Gd	42.757	48.642	6.048	6.712	7.102	7.784	1.185
16 S	2.307	2.464					65 Tb	44.226	50.325	6.272	6.977	7.365	8.100	1.240
17 Cl	2.621	2.815					66 Dy	45.724	52.068	6.494	7.246	7.634	8.417	1.293
18 Ar	2.957	3.190					67 Ho	47.253	53.813	6.719	7.524	7.91	8.746	1.347
19 K	3.312	3.589					68 Er	48.813	56.606	6.947	7.809	8.188	9.087	1.406
20 Ca	3.690	4.012	0.341	0.345		0.350	69 Tm	50.406	57.437	7.179	8.100	8.467	9.424	1.462
21 Sc	4.088	4.460	0.395	0.400		0.407	70 Yb	52.030	59.322	7.414	8.400	8.757	9.778	1.521
22 Ti	4.508	4.931	0.452	0.458		0.460	71 Lu	53.687	61.235	7.654	8.708	9.047	10.142	1.581
23 V	4.949	5.426	0.511	0.519		0.520	72 Hf	55.382	63.183	7.898	9.021	9.346	10.514	1.644
24 Cr	5.411	5.924	0.573	0.563		0.583	73 Ta	57.098	65.125	8.145	9.342	9.650	10.893	1.709
25 Mn	5.894	6.480	0.637	0.649		0.652	74 W	58.858	67.140	8.396	9.671	9.960	11.284	1.774
26 Fe	6.398	7.057	0.705	0.718		0.721	75 Re	60.648	69.199	8.651	10.008	10.274	11.693	1.842
27 Co	6.924	7.648	0.776	0.791		0.794	76 Os	62.477	71.298	8.910	10.354	10.597	12.093	1.914
28 Ni	7.471	8.263	0.851	0.869			77 Ir	64.339	73.438	9.174	10.706	10.919	12.510	1.978
29 Cu	8.040	8.904	0.930	0.950			78 Pt	66.241	75.618	9.441	11.069	11.249	12.940	2.048
30 Zn	8.630	9.570	1.012	1.034			79 Au	68.177	77.840	9.712	11.440	11.583	13.379	2.120
31 Ga	9.241	10.262	1.098	1.125			80 Hg	70.154	80.103	9.987	11.821	11.922	13.828	2.195
32 Ge	9.874	10.979	1.188	1.218			81 Tl	72.167	82.497	10.267	12.211	12.270	14.289	2.268
33 As	10.530	11.722	1.282	1.317			82 Pb	74.221	84.859	10.550	12.612	12.621	14.762	2.342
34 Se	11.207	12.492	1.379	1.419			83 Bi	76.315	87.328	10.837	13.021	12.978	15.245	2.418
35 Br	11.907	13.287	1.480	1.526			84 Po	78.452	89.781	11.129	13.445	13.338	15.741	
36 Kr	12.631	14.107	1.586	1.636			85 At	80.624	92.287	11.425	13.874		16.249	
37 Rb	13.373	14.956	1.694	1.752			86 Rn	82.843	94.850	11.725	14.313		16.768	
38 Sr	14.140	15.829	1.806	1.871			87 Fr	85.110	97.460	12.029	14.768	14.448	17.300	
39 Y	14.931	16.731	1.922	1.955			88 Ra	87.419	100.113	12.338	15.233	14.839	17.845	
40 Zr	15.744	17.660	2.042	2.124	2.219	2.302	89 Ac	89.773	102.929	12.650	15.710		18.405	
41 Nb	16.581	18.614	2.166	2.257	2.367	2.461	90 Th	92.174	105.591	12.967	16.199	15.621	18.979	2.991
42 Mo	17.441	19.600	2.293	2.394	2.518	2.623	91 Pa	94.627	108.409	13.288	16.699	16.022	19.565	3.077
43 Tc	18.325	20.608	2.424	2.536			92 U	97.131	111.281	13.612	17.217	16.425	20.164	3.165
44 Ru	19.233	21.646	2.558	2.683	2.835	2.964	93 Np	99.407	113.725	13.942	17.747	16.837	20.781	
45 Rh	20.165	22.712	2.696	2.834	3.001	3.143	94 Pu	101.857	116.943	14.276	18.291	17.252	21.414	
46 Pd	21.121	23.806	2.838	2.990	3.171	3.328	95 Am	104.431	120.350	14.615	18.849	16.73	22.061	
47 Ag	22.101	24.928	2.984	3.150	3.347	3.519	96 Cm	107.139	122.733	14.953	19.399	18.096	22.703	
48 Cd	23.106	26.081	3.133	3.316	3.528	3.716	97 Bk	109.991	126.490	15.304	19.961	185.529	23.389	
49 In	24.136	27.06	3.286	3.487	3.713	3.920	98 Cf	112.999	127.794	15.652	20.557	18.983	24.070	

Anexo N° 2.

**Material y equipo utilizado en la obtención de extractos acuosos y
oleosos**

Extractos Acuosa de Ollas de Aluminio

MATERIAL

- Agitador de vidrio
- Beakers de 600 mL
- Cuchara de Madera

EQUIPO

- Cocina de gas

Extractos Oleosa de Sartenes de Aluminio

MATERIAL

- Agitador de vidrio
- Cuchara de Madera
- Frasco de vidrio ámbar de 120 mL

EQUIPO

- Cocina de gas

**Material y equipo utilizado para efectuar el tratamiento de extractos
acuosos y oleosos**

Acuosos:

MATERIAL

- Agitador de vidrio
- Beakers de 30 mL
- Frasco de vidrio ámbar
- Malla de asbesto

EQUIPO

- Balanza Analítica
- Desecador de Silica Gel
- Estufa
- Hot plate

Oleosos:

MATERIAL

- Agitador de vidrio
- Beakers de 10 mL
- Frasco de vidrio ámbar
- Probeta de 10 mL

EQUIPO

- Balanza Analítica
- Sistema de Digestión por
Microonda. O.I.A. Analitical

Anexo N° 3.

Ilustración del Equipo de Digestión por Microondas y sus componentes

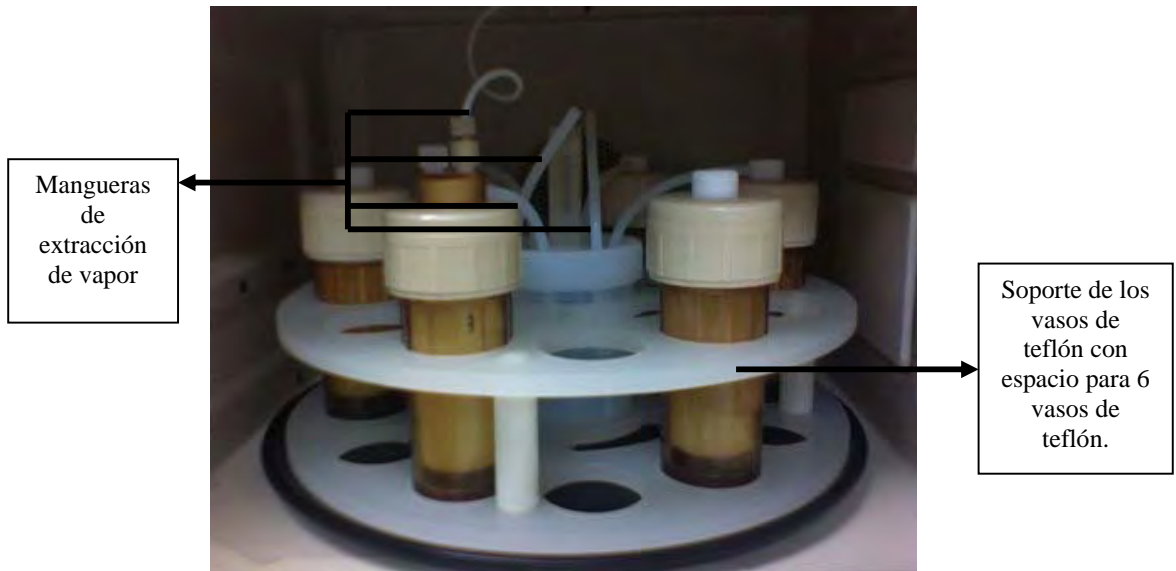


Figura N° 19. Equipo de Digestión por Microondas



Soporte de los vasos de teflón

Figura Nº 20. Equipo de Digestión por Microondas



Mangueras de extracción de vapor

Soporte de los vasos de teflón con espacio para 6 vasos de teflón.

Figura Nº 21. Vasos de teflón en soporte

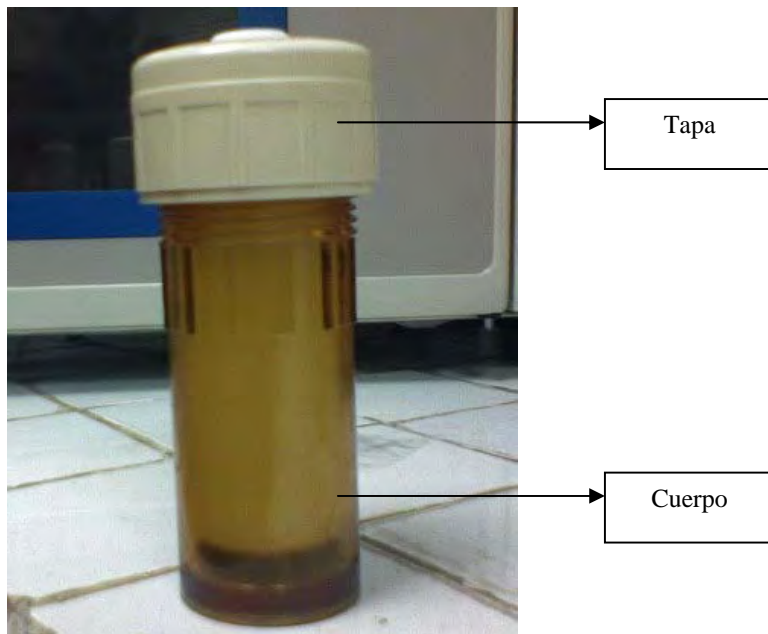


Figura N° 22. Vaso de teflón.



Figura N° 23. Piezas vaso de teflón

Anexo N° 4.

**Parámetros del equipo propuestos por el fabricante para la Digestión por
Microonda de Extractos oleosos. Aceite vegetal**

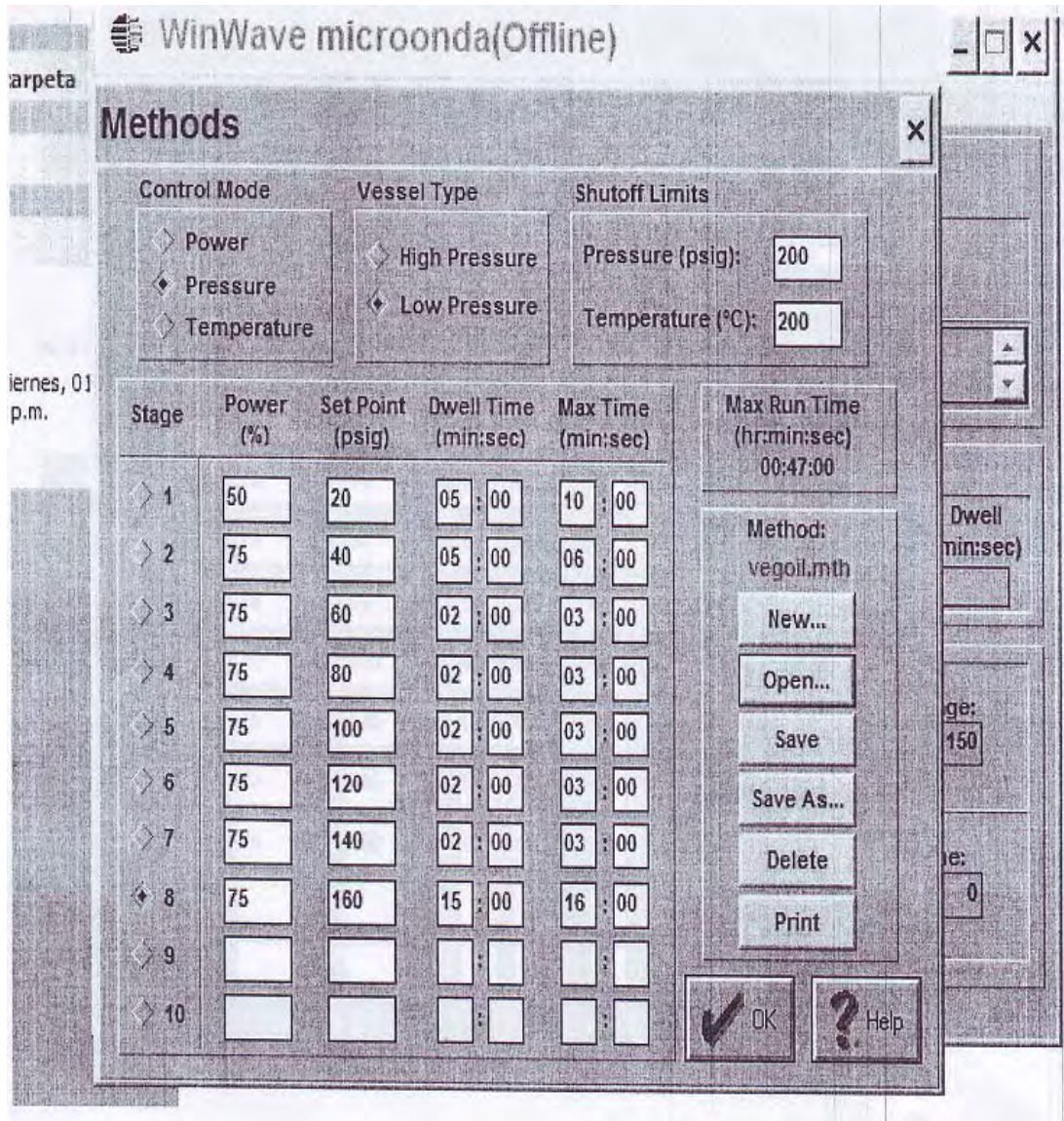


Figura N° 25. Parámetros de Digestión por microonda propuestos por el fabricante para aceite vegetal

Anexo N° 5.

**Parámetros finales del equipo aplicado para la Digestión por Microonda de
Extractos oleosos. Aceite vegetal**

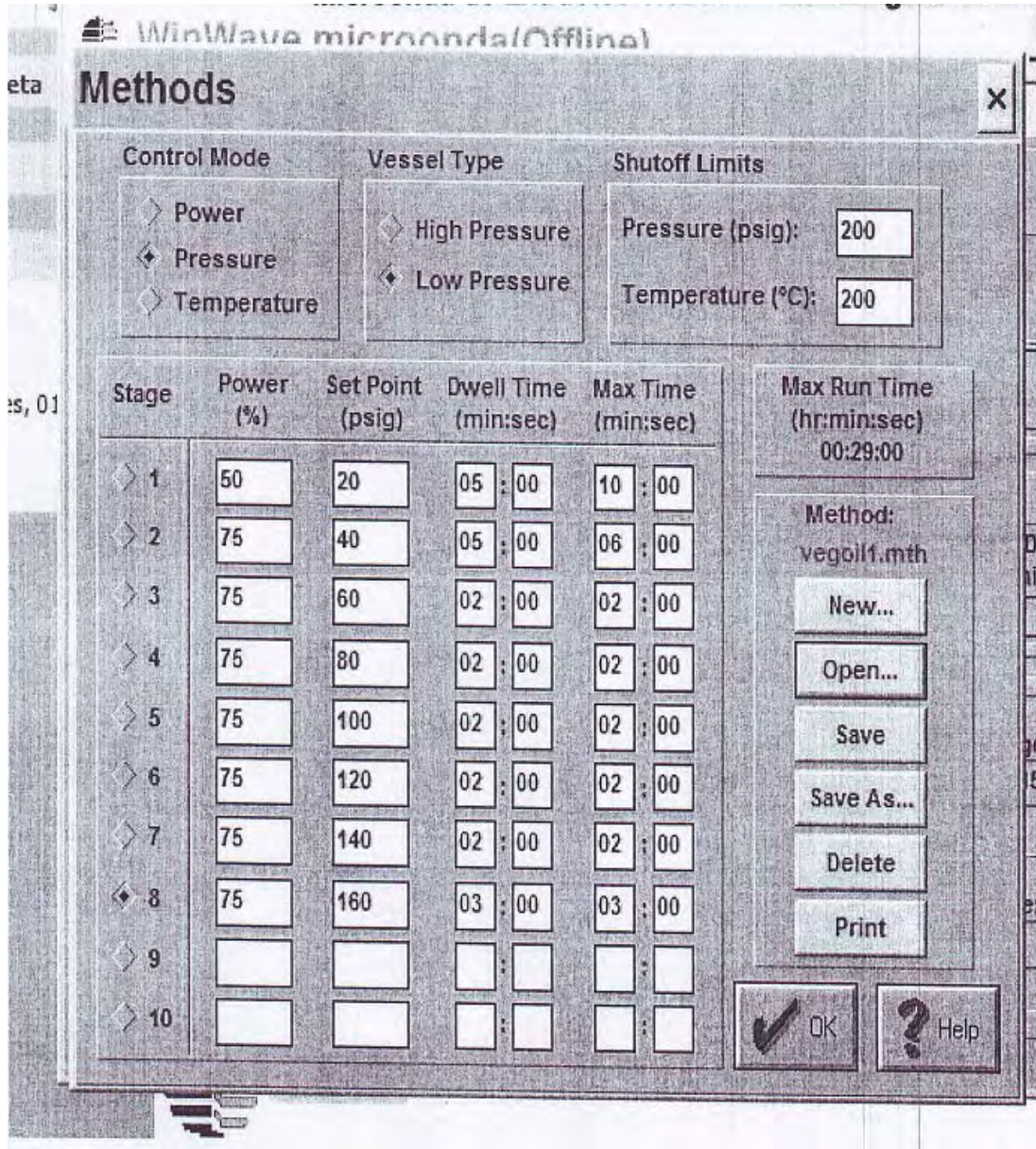


Figura N° 26. Parámetros de Digestión por microonda desarrollado por el técnico en el área para aceite vegetal

Anexo N° 6.

Certificado de Análisis de solución estándar de Aluminio 1000 mg / L



Certificate of Analysis

<http://certificates.merck.de>

Date of print: 12.10.2008

1.19770.0100 Aluminium standard solution (traceable to SRM from
NIST $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ in HNO_3 0.5 mol/l; 1000 mg/l Al
Certipur®
Batch OC519288

Batch Values

Concentration: 1.000

1000 mg/l

Determination method: Gravimetric method
(traceable to NIST - SRM 682)
Accuracy of the method: $\pm 0.2 \text{ mg/l}$

Test date (DD.MM.YYYY): 26.01.2008
Release date (DD.MM.YYYY): 11.01.2008

Wolfgang Gerhardt

responsible laboratory manager quality control

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

Anexo N° 7.

**Certificado de Análisis de Estándar que contiene Plomo. Agua de
Estuario para metales en traza.**

Certified Reference Material



National Research
Council of Canada

Canadian Institute
for Environmental and
Environmental Sciences

SLEW-2

Estuarine Water Reference Material for Trace Metals

The following table shows the twelve metals for which certified values have been established. Certified values are based on the results of determinations by at least two independent methods of analysis. The uncertainties represent 95 percent confidence limits for an individual subsample. That is, 95 percent of samples from any bottle would be expected to have concentrations within the specified range 95 percent of the time.

Trace Metal Concentrations
(micrograms/litre)

Arsenic (m,l)	0.792 ± 0.082
Cadmium (m,l,r)	0.019 ± 0.002
Chromium (m,l)	0.169 ± 0.018
Cobalt (l,q)	0.055 ± 0.008
Copper (m,s)	1.62 ± 0.11
Iron (d,l,m)	2.37 ± 0.37
Lead (m,l,r)	0.027 ± 0.005
Manganese (d,m)	17.1 ± 1.1
Molybdenum (c)	(3.7)*
Nickel (l,m)	0.709 ± 0.054
Uranium (m)	(1.2)*
Zinc (l,m)	1.10 ± 0.14

*Information value only

- c - Direct determination by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICPMS)
- d - Direct determination by graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS)
- l - Immobilized ligand separation, GFAAS determination

- m - Immobilized ligand separation, isotope dilution ICPMS
- n - In situ hydride generation, GFAAS determination
- q - Immobilized ligand separation, ICPMS determination
- r - Reductive precipitation separation, GFAAS determination
- s - Reductive precipitation separation, GFAAS determination

SLEW-2 is the second standard water certified reference material for trace metals prepared under the auspices of the NRC Marine Analytical Chemistry Standards Program. The water (approximately 60 L) was collected in the St. Lawrence River estuary at the 5 metre level several kilometres upstream from the St. Charles and about 60 kilometres below the mixing zone. The water was immediately pre-piped through cleaned polyethylene lined ethyl vinyl acetate tubing and 0.45 µm acetyl copolymer filters. It was acidified to pH 1.6 with ultrapure nitric acid during its immediate transfer to 60-litre acid washed polypropylene carboys. The water was later refluxed through 0.2 µm porous acrylic copolymer filter and homogenized in an 800-litre polyethylene tank in a clean room at NRC in Ottawa. It was subsequently bottled in cleaned 24-litre polyethylene bottles. Because SLEW-2 was collected on the same day and in the same location as its predecessor SLEW-1 the concentrations of the trace metals are not substantially different.

This certified reference material is primarily intended for use in the calibration of procedures and the development of methods used for the analysis of seawater for trace metals. It is recommended that the material be stored in a cool, clean location. The bottles should be opened only in a clean area with precautions taken against contamination during sampling. Pour from the bottle. Never wipe the lip. The metal concentrations of unopened bottles are warranted for a two year period from the shipping date on the label. Studies of similar waters indicate that the material is stable with respect to total trace metal concentrations for at least five years and is not affected by the air to liquid ratio in the bottle.

Homogeneity

Randomly selected bottles were chosen for the analytical determinations. Results from different bottles showed no significant differences, nor was there any correlation between values obtained and bottle sequence. Thus, it is apparent that the trace metal concentrations of all bottles are essentially the same.

Stability

The analytical work was done within the Institute for National Measurement Standards. It would appear from the values obtained that the estuarine water was not significantly contaminated in the collection and bottling process. It is anticipated that as more data become available the established values may be updated and certified numbers assigned to more elements. These updates will be sent to all users of this reference material.

Acknowledgements

This certified reference material was prepared following the advice of the National Research Council of Canada's Committee on Marine Analytical Chemistry. The guidance of the committee members is much appreciated.

These members of the staff of the Institute for National Measurement Standards, NRC, participated in the collection, preparation and analysis of SLEW-2: S. Gorman, L. Hallow (visiting scientist), J. Lam, J.W. McLaren, B. Methven, A. Myktyuk and S. Wells.

The cooperation of the following is gratefully acknowledged: M. Bowers, J. Dolzoff and P. Yeets, Marine Chemistry Division, Fisheries and Oceans Canada, Bedford Institute of Oceanography, Dartmouth, N.S.

February 1994

Comments, information and inquiries should be addressed to:

Dr. J.W. McLaren
National Research Council of Canada
Institute for National Measurement Standards
4412, Montreal Road
Ottawa, Ontario, Canada K1A 0R6

Telephone: (613) 993-2289
Facsimile: (613) 993-2451
E-mail: crm.asa@nrc.ca

Équipement d'appareils en français sur demande

Canada

1 800 963-2631

Página 2 de 2

Anexo N° 8.

Material y equipo utilizado en la determinación de Aluminio en los extractos sólidos y oleosos por el método de Fluorescencia de Rayos

X por Reflexión Total.

MATERIAL

- Agitador mecánico
- Balanza Analítica
- Balón volumétrico de 25.0 mL
- Beaker de 10 mL
- Pipeta volumétrica de 5 μ L

EQUIPO

- Espectrofotómetro de Rayos X, el cual está compuesto por los componentes siguientes:

Nombre del dispositivo	Marca
– Tubo de Rayos X	Siemens
– Módulos electrónicos (Amplificador, Fuente de alto voltaje)	CAMBERRA
– Analizador Multicanal (MCA)	AMPTEC
– Programa (Software para cuantificación)	QXAS

Anexo N° 9.

Ilustración del Espectrofotómetro de Rayos X



Figura N° 27. Espectrofotómetro de Rayos X

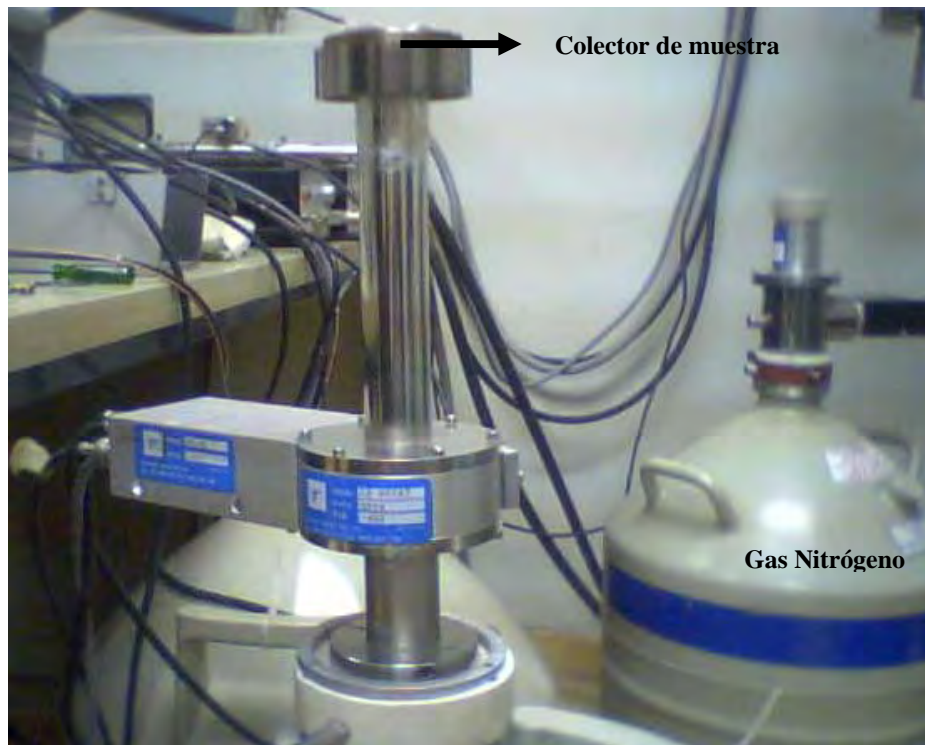


Figura N° 28. Colector de muestra del Espectrofotómetro de Rayos X

Anexo N° 10.

Material y equipo utilizado en la determinación de Aluminio en los extractos sólidos por el Método de Espectrofotometría de Absorción

Atómica

MATERIALES

- 6 balones volumétricos ámbar de 100 mL
- 1 erlenmeyer de 250 mL
- 1 Beaker de 250 mL
- 1 probeta de 100 mL
- 1 beaker de 400 mL
- Agitador de vidrio
- 1 balón volumétrico de 1000.0 mL
- 1 agitador de vidrio
- 6 pipetas volumétricas con volumen de (5.0, 10.0, 15.0, 20.0, 25.0)
- 1 Agitador mecánico

EQUIPO

- Perkin Elmer 3110 Atomic Absorption spectrometer

Anexo N° 11.

**Preparación de curva de calibración de Aluminio para el análisis por el
Método de Espectrofotometría de Absorción Atómica**

SOLUCIÓN PATRON (100 ppm)

1. Se tomo una alícuota de 10.0 mL de estándar de Aluminio a 1000 ppm con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

ESTANDAR 5 ppm

1. Se tomo una alícuota de 5.0 mL de **solución patrón (100 ppm)** con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

ESTANDAR 10 ppm

1. Se tomo una alícuota de 10.0 mL de **solución patrón (100 ppm)** con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

ESTANDAR 15 ppm

1. Se tomo una alícuota de 15.0 mL de **solución patrón (100 ppm)** con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

ESTANDAR 20 ppm

1. Se tomo una alícuota de 20.0 mL de **solución patrón (100 ppm)** con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

ESTANDAR 25 ppm

1. Se tomo una alícuota de 25.0 mL de **solución patrón (100 ppm)** con pipeta volumétrica.
2. Se colocó en balón volumétrico ámbar de 100.0 mL, aforando con HCl al 10%

Esquemas de diluciones

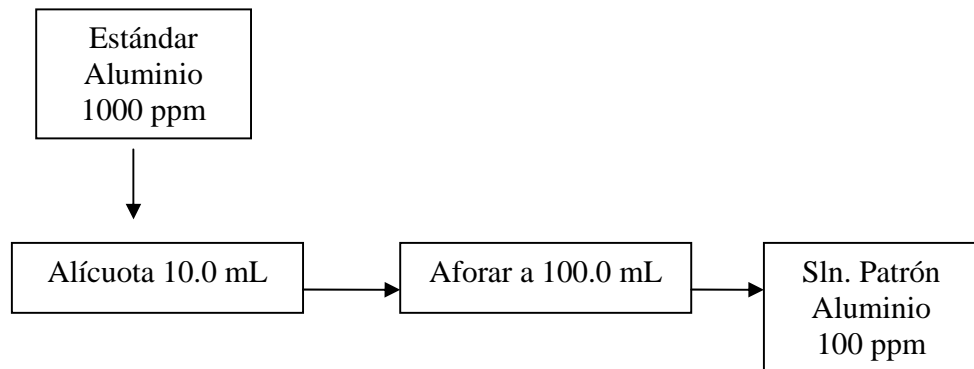


Figura N° 29. Esquema de dilución de solución patrón de Aluminio (100 ppm)

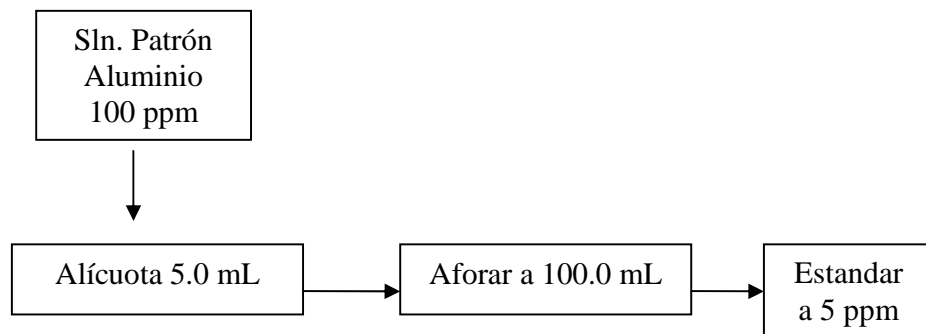


Figura N° 30. Esquema de dilución de soluciones de estándares para curva de calibración

Anexo N° 12.

Ilustración de Espectrofotómetro de Absorción Atómica



Figura N° 31. Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer 3110

Anexo No 13

**Resultados en datos crudos y gráficos del análisis de extractos sólidos
por Espectrofotometría de Absorción Atómica**

INFORMACIÓN DEL ANÁLISIS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA. LISTADO DE EXTRACTOS ANALIZADOS

Sample Information File AL.SIF

Description : Determinación de Aluminio en ollas y Sartenes
Batch ID : Varios
Volume Units : mL
Weight Units : µg
Analyst : OsRengaMont
Sample Volume : 1.000
Nominal Weight : 1.000000

AS Sample ID Loc	Sample Sample Weight Units	User Dilution	Remarks
1 ALS-U120E1			
2 ALS-N120E1			
3 ALC-U120E1			
4 ALC-N120E1			
5 ALC-N30E1			
6 ALS-U30E1			

PARÁMETROS DE AJUSTE DEL EQUIPO PARA EL ANÁLISIS DE EXTRACTOS POR ESPECTROFOTOMETRIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

=====

Method Name: Determ de Al Element: Al
Method Description: Determinación de Al en ollas y Sarten

Date: 19/10/2006	
Technique: Flame	Calibration Equation: Zero Intercept: Nonlinear
Wavelength: 309.3 nm	Slit Width: 0.70 nm
Lamp Current: 20	Energy: 57
Sample Info File: AL.SIF	Results Data Set: Determ de Al

RESULTADOS DE CURVA DE ESTÁNDARES DE ALUMINIO

=====
 Element: Al Seq. No.: 6 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: St1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1			0.008	14:19:53
2			0.007	14:19:57
Mean:			0.008	
SD :			0.001	
%RSD:			14.14	

 Standard number 1 applied. [5.000]
 Correlation Coefficient: 1.0000 Slope: 0.0015

=====
 Element: Al Seq. No.: 8 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: St2

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1			0.014	14:20:50
2			0.015	14:20:53
Mean:			0.015	
SD :			0.001	
%RSD:			5.25	

 Standard number 2 applied. [10.000]
 Correlation Coefficient: 1.0000 Slope: 0.0015

=====
 Element: Al Seq. No.: 10 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: St3

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1			0.021	14:21:45
2			0.021	14:21:48
Mean:			0.021	
SD :			0.000	
%RSD:			0.22	

 Standard number 3 applied. [15.000]
 Correlation Coefficient: 1.0000 Slope: 0.0015

=====
 Element: Al Seq. No.: 12 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: St4

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1			0.029	14:22:43
2			0.030	14:22:47
Mean:			0.029	
SD :			0.000	
%RSD:			1.43	

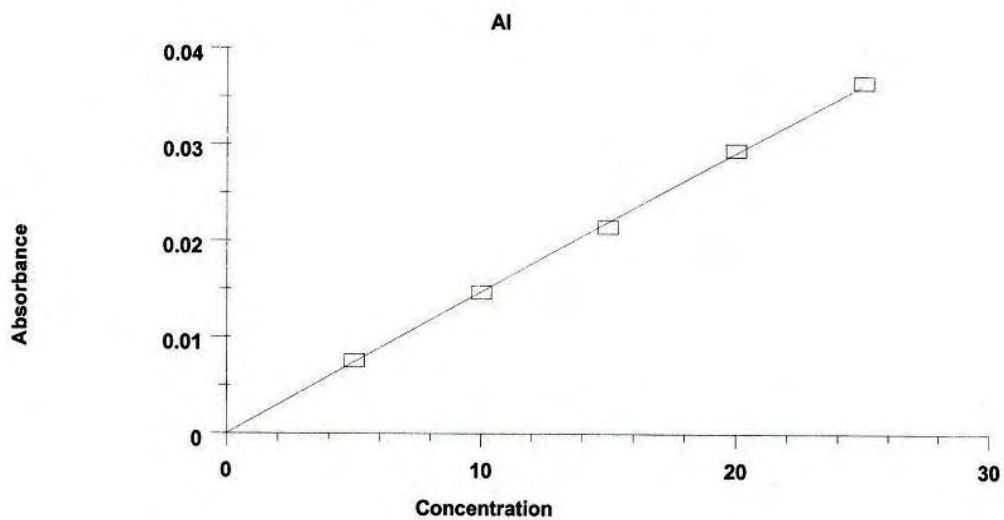
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.
 Standard number 4 applied. [20.000]
 Correlation Coefficient: 0.9992 Slope: 0.0015

=====
 Element: Al Seq. No.: 14 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: St5

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1			0.037	14:23:51
2			0.036	14:23:55
Mean:			0.036	
SD :			0.001	
%RSD:			1.55	

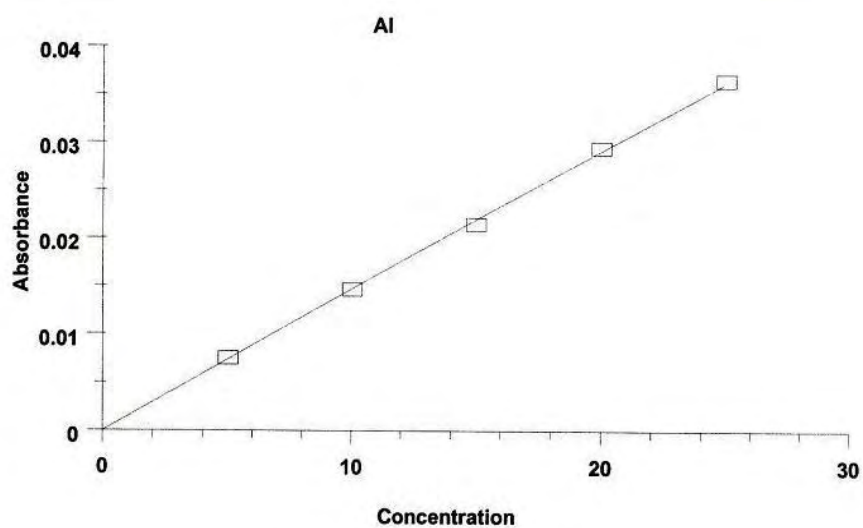
 S-shaped calibration curve detected. Two-coefficient equation used.
 Standard number 5 applied. [25.000]
 Correlation Coefficient: 0.9996 Slope: 0.0015

CURVA DE CALIBRACIÓN DE ESTÁNDARES DE ALUMINIO



Calibration data for Al

Standard ID	Mean Signal (Absorbance)	Entered Concentration (mg/L)	Calculated Concentration (mg/L)	Standard Deviation	%RSD
Calib Blank	0.000	----	0.000	0.001	778.392
St1	0.008	5.000	5.070	0.001	14.140
St2	0.015	10.000	9.934	0.001	5.248
St3	0.021	15.000	14.64	0.000	0.217
St4	0.029	20.000	20.18	0.000	1.431
St5	0.036	25.000	25.17	0.001	1.553
Correlation Coefficient: 0.99960		Slope: 0.00149			

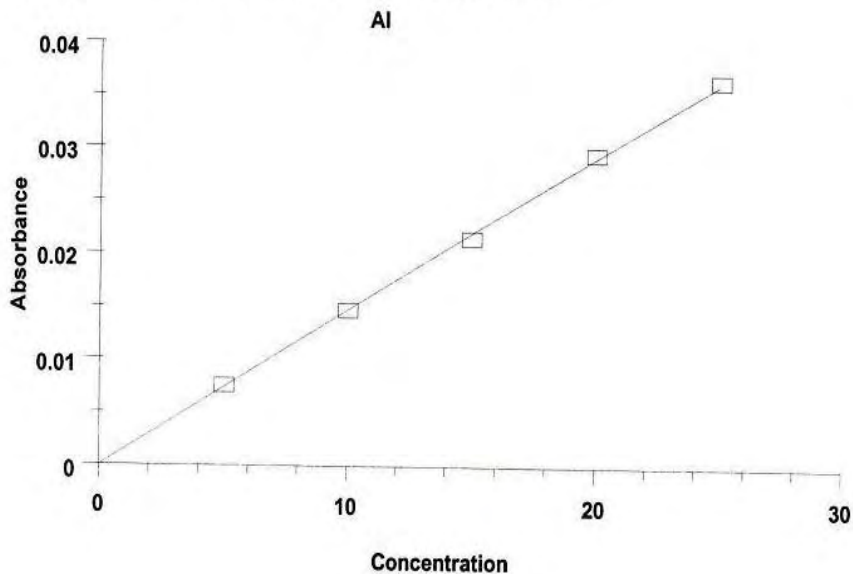


Resultados de Análisis de Extractos de Ollas de Aluminio

Method Name: Determ de Al Element: Al
 Method Description: Determinación de Al en ollas y Sarten

Date: 19/10/2006
 Technique: Flame
 Wavelength: 309.3 nm
 Lamp Current: 20
 Sample Info File: AL.SIF

Calibration Equation: Zero Intercept: Nonlinear
 Slit Width: 0.70 nm
 Energy: 57
 Results Data Set: Determ de Al



Element: Al Seq. No.: 24 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: ALS-N120E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.059	0.059	0.000	14:31:35
2	0.206	0.206	0.000	14:31:40
Mean:	0.132	0.132	0.000	
SD :	0.187	0.187	0.000	
%RSD:	256.2	256.2	256.16	

Element: Al Seq. No.: 26 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
 Sample ID: ALS-N120E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.808	0.808	0.001	14:32:13
2	0.230	0.230	0.000	14:32:17
Mean:	0.519	0.519	0.001	
SD :	0.409	0.409	0.001	
%RSD:	78.78	78.78	78.75	

RESULTADOS DE LECTURAS PARA EXTRACTOS OLLAS
DE ALUMINIO

=====
Element: Al Seq. No.: 28 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-U120E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	1.887	1.887	0.003	14:33:11
2	0.540	0.540	0.001	14:33:14
Mean:	1.214	1.214	0.002	
SD :	0.952	0.952	0.001	
%RSD:	78.47	78.47	78.39	

=====
Element: Al Seq. No.: 32 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N120E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.784	0.784	0.001	14:34:40
2	0.293	0.293	0.000	14:34:44
Mean:	0.539	0.539	0.001	
SD :	0.347	0.347	0.001	
%RSD:	64.46	64.46	64.49	

=====
Element: Al Seq. No.: 34 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N30E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	10.80	10.80	0.016	14:36:03
2	10.57	10.57	0.016	14:36:06
Mean:	10.68	10.68	0.016	
SD :	0.160	0.160	0.000	
%RSD:	1.50	1.50	1.48	

=====
Element: Al Seq. No.: 36 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U30E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.082	0.082	0.000	14:36:53
2	0.428	0.428	0.001	14:36:57
Mean:	0.255	0.255	0.000	
SD :	0.245	0.245	0.000	
%RSD:	95.80	95.80	95.81	

=====
Element: Al Seq. No.: 38 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U30E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.375	0.375	0.001	14:37:20
2	0.372	0.372	0.001	14:37:24
Mean:	0.374	0.374	0.001	
SD :	0.002	0.002	0.000	
%RSD:	0.52	0.52	0.52	

=====
Element: Al Seq. No.: 39 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U30E1
=====

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.005	0.005	0.000	14:37:34
2	0.769	0.769	0.001	14:37:38
Mean:	0.382	0.382	0.001	
SD :	0.547	0.547	0.001	
%RSD:	143.3	143.3	143.30	

RESULTADOS DE LECTURAS PARA EXTRACTOS OLLAS
DE ALUMINIO

=====
Element: Al Seq. No.: 40 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U30E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.529	0.529	0.001	14:37:46
2	0.304	0.304	0.000	14:37:49
Mean:	0.417	0.417	0.000	
SD :	0.589	0.589	0.001	
%RSD:	523.7	523.7	524.53	

RESULTADOS DE LECTURAS DE EXTRACTOS DE OLLAS
DE ALUMINIO

=====
Element: Al Seq. No.: 19 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U120E1
=====

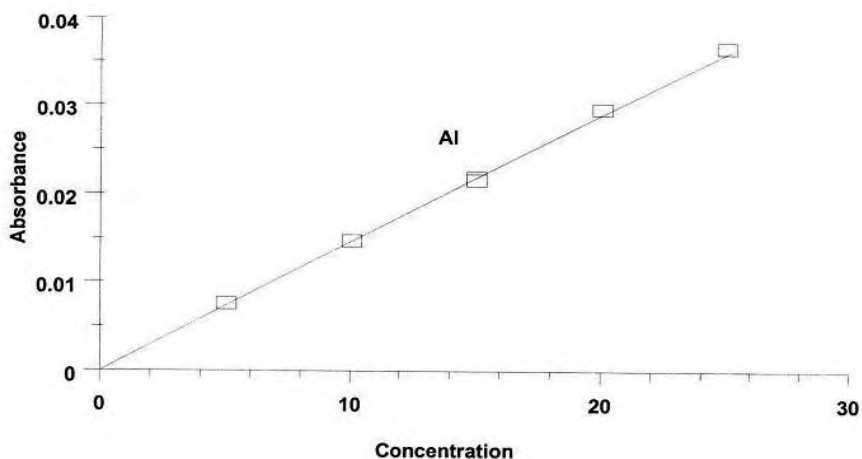
Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.227	0.227	0.000	14:29:05
2	0.251	0.251	0.000	14:29:09
Mean:	0.239	0.239	0.000	
SD :	0.017	0.017	0.000	
%RSD:	7.08	7.08	7.08	

RESULTADOS DE LECTURAS PARA EXTRACTOS OLLAS
DE ALUMINIO

Method Name: Determ de Al Element: Al
Method Description: Determinación de Al en ollas y Sarten

Date: 19/10/2006
Technique: Flame
Wavelength: 309.3 nm
Lamp Current: 20
Sample Info File: AL.SIF

Calibration Equation: Zero Intercept: Nonlinear
Slit Width: 0.70 nm
Energy: 57
Results Data Set: Determ de Al



Element: Al Seq. No.: 45 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U120E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	0.463	0.463	0.001	14:41:57
2	0.589	0.589	0.001	14:42:00
Mean:	0.063	0.063	0.000	
SD :	0.743	0.743	0.001	
%RSD:	1178	1178	1183.75	

Element: Al Seq. No.: 47 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-U120E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	Blncorr Signal	Time
1	2.111	2.111	0.003	14:43:20
2	1.790	1.790	0.003	14:43:24
Mean:	1.951	1.951	0.003	
SD :	0.227	0.227	0.000	
%RSD:	11.65	11.65	11.62	

RESULTADOS DE LECTURAS PARA EXTRACTOS OLLAS
DE ALUMINIO

=====
Element: Al Seq. No.: 50 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-N120E1

Repl SampleConc StndConc BlnkCorr Time
mg/L mg/L Signal
1 1.221 1.221 0.002 14:45:12
2 0.541 0.541 0.001 14:45:17
Mean: 0.881 0.881 0.001
SD : 0.480 0.480 0.001
%RSD: 54.54 54.54 54.49

=====
Element: Al Seq. No.: 52 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N120E1

Repl SampleConc StndConc BlnkCorr Time
mg/L mg/L Signal
1 0.056 0.056 0.000 14:46:05
2 0.927 0.927 0.001 14:46:09
Mean: 0.491 0.491 0.001
SD : 0.695 0.695 0.001
%RSD: 159.7 159.7 159.68

=====
Element: Al Seq. No.: 53 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N120E1

Repl SampleConc StndConc BlnkCorr Time
mg/L mg/L Signal
1 0.460 0.460 0.001 14:46:19
2 0.094 0.094 0.000 14:46:22
Mean: 0.277 0.277 0.000
SD : 0.258 0.258 0.000
%RSD: 93.24 93.24 93.25

=====
Element: Al Seq. No.: 54 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N120E1

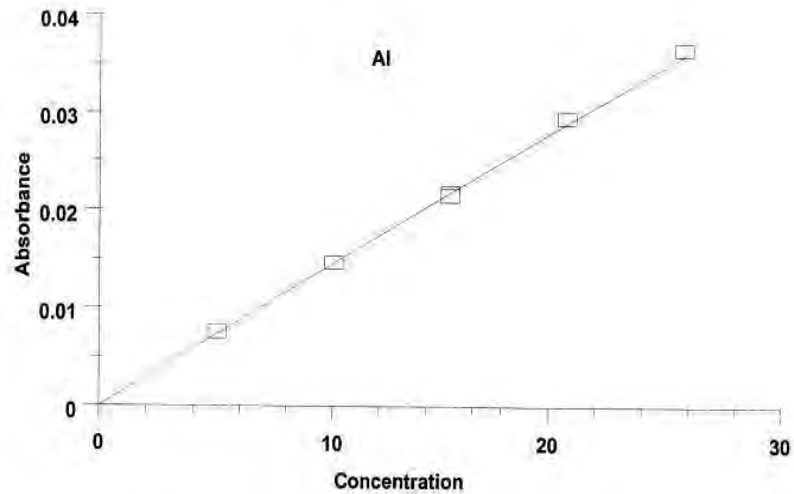
Repl SampleConc StndConc BlnkCorr Time
mg/L mg/L Signal
1 1.350 1.350 0.002 14:46:29
2 0.111 0.111 0.000 14:46:33
Mean: 0.731 0.731 0.001
SD : 0.876 0.876 0.001
%RSD: 119.9 119.9 119.88

RESULTADOS DE LECTURAS PARA EXTRACTOS OLLAS
DE ALUMINIO

Method Name: Determ de Al Element: Al
Method Description: Determinación de Al en ollas y Sarten

Date: 19/10/2006
Technique: Flame
Wavelength: 309.3 nm
Lamp Current: 20
Sample Info File: AL.SIF

Calibration Equation: Zero Intercept: Nonlinear
Slit Width: 0.70 nm
Energy: 57
Results Data Set: Determ de Al



Element: Al Seq. No.: 56 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALC-N30E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time
1	11.26	11.26	0.016	14:48:49
2	11.16	11.16	0.016	14:48:53
Mean:	11.21	11.21	0.016	
SD :	0.071	0.071	0.000	
%RSD:	0.63	0.63	0.62	

Element: Al Seq. No.: 58 AS Loc.: --- Date: 19/10/2006
Sample ID: ALS-U30E1

Repl #	SampleConc mg/L	StndConc mg/L	BlnkCorr Signal	Time
1	0.210	0.210	0.000	14:49:35
2	0.987	0.987	0.001	14:49:38
Mean:	0.599	0.599	0.001	
SD :	0.550	0.550	0.001	
%RSD:	91.87	91.87	91.90	

Anexo N° 14.
Criterios de Calidad del agua potable según OMS. (16)

Parámetros		Regulaciones Internas Primarias	Guías de Calidad para el Agua de Bebida del Canadá-1978 (2)	Guidelines for Drinking-Water Quality OMS, 1996 (3)
Unidades		Nivel máximo del contaminante	Concentración máxima aceptable	Valor guía
Físicos				
Color	TCU	—	15	15
Sabor y olor		Aceptable	—	Aceptable
Turbiedad	UNT	5 ^a	5	5 ^b
Inorgánicos				
Aluminio	mg/L	—	—	0,2
Amonio	mg/L	—	—	1,5
Antimonio	mg/L	0,006	—	0,005 ^(p)
Arsénico	mg/L	0,05	0,05	0,01 ^c
Bario	mg/L	2,0	1,0	0,7
Boro	mg/L	—	5,0	0,3
Cadmio	mg/L	0,005	0,005	0,003
Cianuro	mg/L	0,2	0,2	0,07
Cinc	mg/L	—	5,0	3
Cloro	mg/L	—	—	5 ^d
Cloruro	mg/L	—	250	250
Cobre	mg/L	1,3 ^{aa}	1,0	2 ^d
Cromo (total)	mg/L	0,1	0,05	0,05 ^(p)
Fluoruro	mg/L	4	1,5	1,5
Hierro	mg/L	—	0,3	0,3
Manganeso	mg/L	—	0,05	0,5 ^(p)
Mercurio	mg/L	0,002	0,001	0,001
Nitrato (como N)	mg/L	10	10 } ^f	50 } ^j
Nitrito (como N)	mg/L	1	1,0 } ^f	3 } ^j
pH	—	—	6,5 – 8,5	—
Plata	mg/L	—	0,05	⊖
Plomo	mg/L	0,015 ^{aa}	0,05	0,01
Selenio	mg/L	0,05	0,01	0,01
Sulfato	mg/L	—	500	250
Sulfuros (H ₂ S)	mg/L	—	0,05	0,05 [@]
Sólidos disueltos	mg/L	—	500	1.000

Figura N° 32. Criterios de Calidad del agua potable según OMS ⁽¹⁶⁾

Anexo N° 15.

Preparación de reactivos⁽⁵⁾

- *Ácido Nítrico al 30% v/v*

Medir con una pipeta (usar perilla) 30 mL de Ácido Nítrico concentrado y agregar en un frasco volumétrico de 100.0 mL, llevar a volumen con agua destilada.

* Almacenar en frasco de vidrio.

- *Ácido Sulfúrico al 5% v/v*

En un beaker de 150 mL depositar 95 mL de agua destilada a 25 °C y agregar cuidadosamente 5 mL de Ácido Sulfúrico concentrado, agitar.

* Almacenar en frasco de vidrio.

- *Cromato de potasio al 10% p/v*

Pesar 10g de cromato de potasio y disolver en 80 mL agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

- *Hidróxido de amonio (Agua Fuerte de Amoniaco)*

Es una solución saturada de Amoniaco (NH_3) en agua destilada. 28.0% de pureza.

- *Hidróxido de potasio al 10% p/v*

Pesar (en balanza granataria) 10g de hidróxido de potasio en perlas y disolver en 80 mL de agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

- *Hidróxido de sodio al 10% p/v*

Pesar (en balanza granataria) 10g de hidróxido de sodio en perlas y disolver en 80 mL de agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

* Almacenar en frasco plástico.

- *Hidróxido de sodio al 30% p/v*

Pesar (en balanza granataria) 30g de hidróxido de sodio en perlas y disolver en 80 mL de agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

* Almacenar en frasco plástico.

- *Hidróxido de sodio Solución Reactivo. (TS)*

Pesar (en balanza granataria) 4.3g de hidróxido de sodio en perlas y disolver en 80 mL de agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

* Almacenar en frasco plástico.

- *Solución Reactivo de amoniaco (Amonio TS)*

Este contiene entre 9.5 y 10.5% de Amoniac. Preparar por dilución de 400 mL de Agua Fuerte de Amonio con suficiente agua hasta hacer 1000 mL.

- *Yoduro de potasio al 10% p/v*

Pesar 10g de yoduro de potasio y disolver en 80 mL de agua destilada en un beaker de 150 mL. Transferir a un balón volumétrico de 100.0 mL y llevar a volumen con agua destilada.

* Almacenar en contenedores resistentes a la luz.

Anexo No 16.

Requisitos de Calidad Físico-Químicos del agua potable. Valores para sustancias químicas de tipo inorgánico de alto riesgo para la salud. Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01.04 Agua. Agua potable ⁽⁸⁾

Tabla 4
Valores para sustancias químicas
de tipo inorgánico de alto riesgo para la salud

PARÁMETRO	LIMITE MÁXIMO PERMISIBLE ⁽¹⁾ mg/l
Arsénico	0.01
Bario	0.70
Boro	0.30
Cadmio	0.003
Cianuros	0.05
Cromo (Cr ⁺⁶)	0.05
Mercurio	0.001
Níquel	0.02
Nitrato (NO ₃) ⁽²⁾	45.00
Nitrito (Medido como Nitrógeno)	1.00
Molibdeno	0.07
Plomo	0.01
Selenio	0.01

¹⁾ Sujeto a mayores restricciones

²⁾ Dado que los nitratos y los nitritos pueden estar simultáneamente presentes en el agua de bebida, la suma de las razones de cada uno de ellos y su respectivo límite máximo permisible no debe superar la unidad, es decir

$$\frac{\text{NO}_3}{\text{LMP.NO3}} + \frac{\text{NO}_2}{\text{LMP.NO3}}$$