

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



**CUANTIFICACION DE LOS NIVELES DE PLOMO POR EL METODO DE ION  
SELECTIVO EN AGUA POTABLE EN LA COLONIA JARDINES DE  
GUADALUPE, ANTIGUO CUSCATLAN**

**TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR**

ROCIO SAKURAKO ESCOBAR MIYOSHI

YESIKA MARISELA PORTILLO GONZALEZ

**PARA OPTAR AL GRADO DE**

LICENCIATURA EN QUIMICA Y FARMACIA

MARZO, 2014

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMERICA.

**UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR**

**RECTOR**

ING. MARIO ROBERTO NIETO LOVO

**SECRETARIO GENERAL**

DRA. ANA LETICIA ZAVALA DE AMAYA

**FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA**

**DECANO**

LICDA. ANABEL DE LOURDES AYALA DE SORIANO

**SECRETARIA**

LIC. FRANCISCO REMBERTO MIXCO LOPEZ

## **COMITE DE TRABAJO DE GRADUACION**

### **COORDINADORA GENERAL:**

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo.

### **ASESORAS DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACEUTICOS, COSMETICOS Y VETERINARIOS:**

MSc. Rocío Ruano de Sandoval.

### **ASESORA DE AREA DE GESTION AMBIENTAL: CALIDAD AMBIENTAL:**

MSc. Cecilia Haydeé Gallardo de Velázquez.

### **DOCENTES DIRECTORES:**

Lic. Henry Alfredo Hernández Contreras.

Licda. Rosa Mirian Rivas de Lara.

## **AGRADECIMIENTOS**

Primeramente agradezco infinitamente a mis padres que hasta la fecha me han apoyado y alentado en mis sueños de aprendizaje y capacitación. Sin ayuda de ellos yo no podría haber obtenido este triunfo.

De manera especial agradezco también a mis asesores de tesis, Lic. Henry Alfredo Hernández Contreras y Licda. Rosa Mirian Rivas de Lara quienes nos brindaron sus asesorías con mucha disposición. Adicionalmente, agradecemos la colaboración de la Coordinadora General Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo, al técnico en laboratorio del Laboratorio Fisicoquímico de Aguas, Jorge Alberto Carranza Estrada, a las asesoras de área, MSc. Rocío Ruano de Sandoval y Licda. Cecilia Haydee Gallardo de Velázquez

Agradezco también a todos los docentes de la Facultad de Química y Farmacia que en una u otra forma colaboraron en mi formación de Química y Farmacia, como también a mis compañeros y compañeras que compartimos tiempos valiosos de la vida.

Especialmente agradezco mucho a mi compañera de tesis Yesika Marisela Portillo González, con quien compartimos momentos tanto de satisfacción como difíciles que juntas pudimos resolver con ayuda mutua.

Rocío Sakurako Escobar

## **AGRADECIMIENTOS**

Primeramente agradezco a Dios todopoderoso por darme la sabiduría e inteligencia para finalizar mi carrera profesional.

A mi Abuela que aunque por circunstancias mayores no está conmigo pero es una de mis razones para seguir adelante junto con mi hija Dannisa que me impulsaban para lograr esta meta y que se sientan orgullosas de este logro.

A mi Madre por haber sido un apoyo incondicional así mismo un ejemplo que me impulsaba siempre a seguir adelante y no rendirme, a mi Tío Oscar por su apoyo como un padre, le doy las gracias por todo lo que han hecho por mí.

A mis hermanos, a mi Novio (Jonathan) y mis mejores amigos que siempre me han brindado su apoyo en todo el proceso de mi carrera profesional.

Agradecimientos a mis Docentes Directores, Lic. Henry Alfredo Hernández Contreras y Licda. Rosa Mirian Rivas de Lara por su guía y esmero durante este proceso. Adicionalmente, agradecemos la colaboración de la Coordinadora General Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo.

Al Ing. Sergio Armando Maravilla y al Lic. Jorge Alfredo Carranza Estrada por ser de mucha ayuda a nuestro trabajo de graduación. Y finalmente a mi compañera de tesis Roció Sakurako Escobar que juntas hemos trabajado para culminar nuestra carrera profesional.

A todos muchas gracias por su infinito amor.

Yesika Marisela Portillo

## INDICE

	<b>Paginas</b>
<b>Resumen</b>	
<b>Capítulo I</b>	
1.0 Introducción.	xviii
<b>Capítulo II</b>	
2.0 Objetivos.	
<b>Capítulo III</b>	
3.0 Marco Teórico.	23
3.1 Generalidades del agua potable.	23
3.2 Generalidades del plomo.	25
3.2.1 Propiedades físicas y químicas del plomo.	25
3.2.2 ¿Dónde se encuentra el plomo?	26
3.2.3 Plomo en agua potable.	27
3.2.4 Principales vías de absorción del plomo.	28
3.2.4 Principales vías de absorción del plomo.	30
3.2.6 Efectos neurológicos.	31
3.2.7 Efectos renales.	32
3.2.8 Anemia.	33
3.2.9 Efectos cardiovasculares.	34
3.2.10 Sistema reproductor.	35
3.3 Ión Selectivo	36
3.3.1 Ventajas.	37
3.3.2. Desventajas.	37
3.3.3 Efecto de temperatura.	37
3.3.4 Interferencia.	38

3.3.5 Complejo.	38
3.3.6 Efecto de pH.	39
3.4 Documentación.	39
3.4.1 Protocolo de evaluación de parámetros de desempeño.	39
3.4.2 Informe de la evaluación de los parámetros de desempeño.	40
3.5 Parámetros de desempeño.	41
3.6 Procedimiento para la determinación de los parámetros a Evaluar.	41
3.6.1 Criterios de aceptación.	41

#### **CAPITULO IV**

4.0 Diseño Metodológico.	44
4.1 Tipo de estudio.	44
4.2 Investigación Bibliográfica.	45
4.2.1 Revisión bibliográfica.	45
4.3 Investigación de campo.	45
4.3.1 Universo.	46
4.3.2 Muestra.	46
4.4 Parte Experimental.	47
4.4.1 Equipo necesario.	47
4.4.2 Materiales.	47
4.4.3 Reactivos.	48
4.4.4 Preparación de estándares.	49
4.4.5 Preparación de la curva de calibración.	50
4.4.6 Procedimiento realizado a los estándares para obtener la curva de calibración del equipo.	51
4.4.7 Protocolo de los parámetros de desempeño.	52
4.4.8 Evaluación de los parámetros de desempeño del método.	52

4.4.8.1 Selectividad.	52
4.4.8.2 Linealidad del sistema.	53
4.4.8.3 Linealidad del método.	55
4.4.8.4 Rango.	58
4.4.8.5 Exactitud.	58
4.4.8.6 Precisión.	60
4.4.8.6.1 Repetibilidad.	60
4.4.8.6.2 Precisión intermedia.	61
4.4.8.7 Límite de cuantificación.	63
4.4.8.8 Límite de detección.	65
4.4.8.9 Robustez.	67
4.4.9 Criterios de aceptación.	68
4.4.10 Procedimiento de toma de muestra.	70
4.4.11 Procedimiento realizado para medir la concentración de plomo en las muestras de agua potable recolectadas en la colonia jardines de Guadalupe, Antiguo Cuscatlán.	71
<b>Capítulo V</b>	
5.0 Resultados.	73
<b>Capítulo VI</b>	
6.0 Conclusiones.	107
<b>Capítulo VII</b>	
7.0 Recomendaciones.	111
Bibliografía.	
Glosario.	
Anexos.	

## **INDICE DE ANEXOS.**

### **Anexo N°**

1. Planta de bombeo de Antiguo Cuscatlán y ubicación de la colonia Jardines de Guadalupe
2. Método normalizado para plomo según APHA.
3. Modelo del electrodo de plomo
4. Cuadro de parámetros de desempeño a utilizar para métodos normalizados y no normalizados
5. Preparación del electrodo de plomo y procedimiento de calibración del manual del electrodo selectivo de iones.
6. Curvas de estándares.
7. Cuadro de resultados de las muestras analizadas de agua potable.
8. Tabla de T-Student
9. Tabla de Fisher
10. Protocolo de parámetros de desempeño del método del lón selectivo de plomo
11. Certificado de análisis del plomo

## INDICE DE CUADROS.

<b>Cuadro N°</b>	<b>Página</b>
1. Criterios de aceptación	68
2. Resultados de las muestras de agua potable de la colonia Jardines de Guadalupe.	97
3. Resumen de resultados obtenidos de los parámetros de desempeño para el método del Ion Selectivo.	101
4. Informe de los parámetros de desempeño para el método del Ion Selectivo	102

## INDICE DE FIGURAS.

<b>Figura N°</b>		<b>Página</b>
1.	Linealidad del sistema del método del ión Selectivo de plomo.	76
2.	Ubicación de la colonia Jardines de Guadalupe	99
3.	Zonas con mayor prevalencia de plomo en las zonas muestreadas	100

## INDICE DE TABLAS

<b>Tabla N°</b>	<b>Página</b>
1. Resultado de la selectividad de método de Ión Selectivo.	74
2. Resultado de linealidad de sistema para el método de ión Selectivo.	75
3. Promedio de los resultados de la linealidad de sistema del método de ión Selectivo.	76
4. Resultado obtenido en la linealidad de método de ión Selectivo de plomo.	80
5. Resultado con lo que se determinó la linealidad de método.	80
6. Resultado de la exactitud del método de ión Selectivo del plomo.	84
7. Resultado con lo que se determinó la exactitud de método de ion Selectivo de plomo.	84
8. Resultado de la repetibilidad del método de ión Selectivo de plomo.	87
9. Resultado de la precisión intermedia para el método de ión Selectivo del plomo para analista 1.	88
10. Resultado de la precisión intermedia para el método de ión Selectivo del plomo para analista 2.	89
11. Resultado de límite de cuantificación del método de ión Selectivo del plomo.	91
12. Resultado con lo que se determinó el límite de cuantificación del método de ión Selectivo del plomo.	91
13. Resultados de los blancos para la determinación de límite de cuantificación del método de ión selectivo de plomo.	93
14. Resultado de la robustez de método de ión Selectivo del plomo.	95

## ABREVIATURAS Y SIMBOLOS

<b>APHA:</b>	American Public Health Association.
<b><math>b_1</math>:</b>	Pendiente.
<b><math>b_0</math>:</b>	Ordenada al origen.
<b>CV:</b>	Coeficiente de variación.
<b><math>CV_{XY}</math>:</b>	Coeficiente de variación de regresión.
<b><math>d_i</math>:</b>	Diferencia absoluta de la media aritmética de cada condición respecto a la media aritmética de la condición normal.
<b>EPA:</b>	Environmental Protection Agency (Agencia de Protección Ambiental de EE.UU).
<b>IC (<math>\beta_1</math>):</b>	Intervalo de confianza para la pendiente.
<b>IC (<math>\beta_0</math>):</b>	Intervalo de confianza para la ordenada al origen.
<b>LC:</b>	Límite de cuantificación.
<b>LD:</b>	Límite de detección.
<b>mg:</b>	Miligramos.
<b>mV:</b>	Milivoltio.
<b><math>\mu</math>g:</b>	Microgramos.
<b>dL:</b>	Decilitro.
<b>NSO:</b>	Norma Salvadoreña Obligatoria.
<b>OMS:</b>	Organización Mundial de la Salud.

- $r^2$ :** Coeficiente de determinación.
- S:** Desviación estándar.
- S<sub>b</sub>:** Desviación estándar de los blancos.
- S<sub>y/x</sub>:** Desviación estándar de regresión.
- $\tilde{y}$ :** Media aritmética.
- $\Sigma$ :** Sumatoria.
- $\Sigma_y$ :** Sumatoria de datos obtenidos de los ensayos.

## **RESUMEN.**

El presente trabajo presenta en detalle el proceso que se llevó a cabo para la cuantificación de plomo en agua potable por el método del ión selectivo en la colonia Jardines de Guadalupe, Antiguo Cuscatlán.

Primero se realizó una evaluación de parámetros de desempeño para el método del ión selectivo ya que este no se encuentra validado para dicho análisis. Los parámetros analizados fueron: selectividad, linealidad del sistema, linealidad del método, rango, exactitud, precisión (repetibilidad y precisión intermedia), límite de detección, límite de cuantificación y robustez.

Resultando que todos los parámetros cumplen con su criterio de aceptación a excepción de la repetibilidad que no cumple. Dichos parámetros se realizaron bajo las condiciones del Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.

Luego de realizada la evaluación de los parámetros de desempeño se procedió a la recolección de las 53 muestras de agua potable en la colonia Jardines de Guadalupe y se analizaron por el método del ión selectivo obteniéndose como resultado que los valores de concentración de plomo obtenidos en cada una de las muestras de agua potable recolectadas fueron mayores que el valor máximo establecido por la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) que es de 0.01mg/L. Obteniéndose valores

con un rango de 0.03 hasta 0.66 mg/L y su valor promedio fue de 0.2355 mg/L, lo que demuestra la contaminación con este metal que tiene el agua potable de la zona.

Basándose en los resultados obtenidos de concentración de plomo en el agua potable, se le recomienda a la directiva de la Colonia Jardines de Guadalupe que gestione ante las autoridades competentes como el Ministerio de Salud y ANDA (Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados) que proporcionen el monitoreo del agua potable que se distribuye en dicha colonia para que se le dé el tratamiento adecuado y esta pueda cumplir con el límite máximo permitido de plomo de la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) que es de 0.01 mg/L.

**CAPITULO I**  
**INTRODUCCION**

## 1.0 INTRODUCCION.

El estado natural del agua puede ser afectado por procesos naturales, así como también por las actividades humanas la contaminación causada por el hombre a los mantos acuíferos ha sido esencialmente química. El plomo es un metal pesado considerado como un contaminante en agua de consumo humano, se utilizaba anteriormente como material en fontanería contaminando de esta forma el agua por medio de la corrosión de las tuberías.

La importancia de realizar un análisis al agua potable de la colonia Jardines de Guadalupe ya que los pobladores han expresado que antiguamente esta tenía buen gusto pero por construcciones cercanas a la colonia cambiaron las características organolépticas del agua potable que llegaba a sus hogares; así también manifestaron que hay casos de personas con problemas renales.

En el presente trabajo se cuantificó los niveles de plomo en agua potable por el Método del Ión Selectivo utilizando soluciones estándar de plomo y muestras de agua potable que se recolectaron directamente de los grifos seleccionados de la colonia Jardines de Guadalupe, municipio de Antigua Cuscatlán, departamento de La Libertad; debido a que el método no se encuentra validado se realizó la evaluación de parámetros de desempeño para asegurar que el método es confiable utilizando como matriz el agua potable que se encuentra en el Laboratorio Físicoquímico de Aguas.

Los parámetros que se utilizaron para la evaluación del Método del Ión Selectivo son: selectividad/ especificidad, linealidad del sistema, linealidad del método, rango, exactitud, repetibilidad, precisión intermedia, límite de cuantificación, límite de detección y robustez; los cuales permitieron cuantificar el plomo presente en el agua potable de la colonia antes mencionada.

Luego se compararon los valores obtenidos en cada una de las muestras para determinar si se cumple con la concentración de plomo que exige la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua. Agua Potable (Segunda Actualización).

Los análisis de las muestras se realizaron en el Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador durante los meses de agosto a septiembre del 2013 periodo en el cual se obtuvo evidencia documental y experimental del cumplimiento de los parámetros de desempeño del Método del Ión Selectivo.

**CAPITULO II**  
**OBJETIVOS**

## **2.0 OBJETIVOS.**

### **2.1 OBJETIVO GENERAL.**

Cuantificar los niveles de plomo por el método del ion selectivo en agua potable en colonia Jardines de Guadalupe, Antiguo Cuscatlán.

### **2.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS.**

2.2.1 Evaluar parámetros de desempeño del método del ión Selectivo para la cuantificación del plomo en agua potable en colonia Jardines de Guadalupe, Antiguo Cuscatlán.

2.2.2 Elaborar el informe de los parámetros de desempeño con los resultados obtenidos.

2.2.3 Realizar la toma de muestras de agua potable en la zona delimitada de Avenida Río Amazonas y Calle del Pacífico de la colonia Jardines de Guadalupe, Antiguo Cuscatlán.

2.2.4 Analizar en el Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador las muestras de agua potable recolectadas.

2.2.5 Comparar los valores de concentración de plomo obtenidos de cada una de las muestras recolectadas con el valor máximo establecido de la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización).

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

### 3.0 MARCO TEORICO.

#### 3.1 Generalidades del agua potable.

La Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua. Agua Potable (segunda actualización) define agua potable como aquella apta para el consumo humano y que cumple con los parámetros físicos, químicos y microbiológicos establecidos en esta norma. <sup>(5)</sup>

Se denomina agua potable o agua de consumo humano al agua bebible en el sentido que puede ser consumida por personas y animales sin riesgo de contraer enfermedades. El término se aplica al agua que ha sido tratada para su consumo humano según las normas de calidad especificadas por las autoridades locales e internacionales. <sup>(6)</sup>

El origen o fuentes de abastecimiento y suministro de agua para consumo como agua potable son muy importantes en lo referente a su calidad y composición. Se pueden dividir las fuentes de abastecimiento en fuentes superficiales y fuentes subterráneas. <sup>(12)</sup>

Fuentes superficiales: Las aguas que se encuentran en ríos, lagos y lagunas son susceptibles de emplearse con o sin tratamiento previo, para su consumo como agua potable. <sup>(12)</sup>

Hace años y hasta fines del siglo XIX, era común tener una fuente de suministro de este tipo y era posible consumir esta agua de una manera segura sin ningún tratamiento previo, y sin requerir siquiera desinfección

ya que el agua estaba libre de microorganismos patógenos. El crecimiento de la población con el consiguiente incremento en la producción de desechos que se integran a estas fuentes superficiales y la revolución industrial, tuvieron como consecuencia el deterioro de la calidad del agua de las fuentes de suministro más inmediata que son las aguas superficiales. Actualmente un río, lago o laguna no contaminada por sustancias orgánicas, inorgánicas o por bacterias patógenas es algo raro o inusual, por lo que todas estas aguas requieren de un tratamiento previo para hacerla cumplir con los parámetros de calidad de agua potable. (12)

Aunque estas fuentes de abastecimiento son las más contaminadas también son las que requieren de menor infraestructura para su extracción y consumo, por lo que cuando se tienen disponibles y en abundancia, es mejor opción que la perforación de pozos para extracción de agua subterránea. (12)

Fuentes subterráneas: Las fuentes subterráneas son aquellas en las que el agua se encuentra bajo la superficie y para extraerse se requiere de la perforación de un pozo. La calidad de estas aguas es mejor que las que se encuentran en la superficie, ya que es difícil o poco probable que éstas sean contaminadas por residuos y aguas residuales generadas por la actividad del hombre. (12)

Su principal desventaja es que los acuíferos cada vez están a mayores distancias de perforación, lo cual encarece el costo de perforación y de bombeo, además de que a medida que se hace más profunda la perforación es mayor la probabilidad de que estas aguas contengan

metales y compuestos tóxicos (plomo, arsénico, flúor, etc.), o metales problemáticos como hierro y manganeso. (12)

### 3.2 Generalidades del plomo.

Su símbolo es Pb, su número atómico es 82 y su masa atómica es 207.2 g/mol. El plomo es un metal de color gris azulado que pierde su brillo cuando se expone al aire.

#### 3.2.1 Propiedades físicas y químicas del plomo. (13)

- Propiedades físicas:

Punto de fusión: 327.4 °C.

Punto de ebullición: 1770 °C.

Densidad (g/ml): 11.35 (20 °C); 11 (327 °C, sólido); 10.67 (327 °C, líquido).

Solubilidad: insoluble en agua.

Capacidad calorífica (a 20 °C): 0.031 cal/g/ °C.

Presión de vapor (mm de Hg): 0.9975 (890 °C); 9.975 (1160 °C); 99.975 (1420 °C); 200.25 (1500 °C) y 399.75 (1600 °C).

Conductividad eléctrica: 7.8 (respecto al Cu que es de 100).

- Propiedades químicas:

El plomo forma compuestos en los que su estado de oxidación es de 2+ y 4+, el más común de ellos es de 2+. Los compuestos de Pb<sup>4+</sup> son

covalentes, mientras que los de  $Pb^{2+}$ , son iónicos principalmente. Este metal es anfotérico y forma sales plúmbicas y plumbosas. Tiene una excelente resistencia a la corrosión en el aire, agua y suelo. Se llevan a cabo reacciones entre el metal y el medio ambiente, sin embargo, se forma una capa protectora de sales insolubles de plomo. Por ejemplo en presencia de oxígeno, el agua lo ataca, pero si contiene carbonatos y silicatos, se forma una capa protectora de sus derivados y la corrosión se hace muy lenta. <sup>(13)</sup>

Reacciona con ácido nítrico, formando el nitrato soluble en agua. Lo mismo sucede con al ácido acético y otros ácidos orgánicos débiles, formando las sales correspondientes. En el caso del ácido sulfúrico concentrado, forma sulfato de plomo, el cual es insoluble y forma una capa protectora sobre el metal. Con ácido clorhídrico la reacción es muy lenta y el cloruro correspondiente es poco soluble en agua. <sup>(13)</sup>

Por otra parte, al ser anfotérico, reacciona con álcalis formando plumbatos y plumbitos, por lo que debe evitarse un contacto prolongado de este metal con cemento fresco o concreto. <sup>(13)</sup>

### 3.2.2 ¿Dónde se encuentra el plomo?

El plomo se puede encontrar en todas partes de nuestro medio ambiente: el aire, el suelo, el agua, e incluso dentro de los hogares. Gran parte de la exposición proviene de actividades humanas como el uso de combustibles fósiles, incluyendo el uso anterior de la gasolina con plomo, ciertos tipos de instalaciones industriales, y el uso pasado de la pintura con plomo en los hogares. El plomo y compuestos de plomo se han

utilizado en una amplia variedad de productos que se encuentran en y alrededor de los hogares, incluyendo pintura, cerámica, tuberías y materiales de fontanería, soldaduras, gasolina, baterías, municiones, y cosméticos. (14)

El plomo también puede ser emitido al ambiente desde fuentes industriales y sitios contaminados. Mientras que los niveles naturales de plomo en el suelo varían entre 50 y 400 partes por millón, la minería, fundición, refinación y actividades han resultado en incrementos sustanciales en los niveles de plomo en el medio ambiente, especialmente cerca de la minería y fundición de sitios. (14)

Cuando el plomo se libera a la atmósfera proveniente de fuentes industriales o vehículos, pueden viajar largas distancias antes de depositarse en el suelo, donde generalmente se adhiere a partículas en el suelo. El plomo puede moverse desde el suelo al agua subterránea en función del tipo de compuesto de plomo y las características del suelo. (14)

### **3.2.3 Plomo en agua potable.**

El valor permisible de plomo según la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua. Agua Potable (segunda actualización) para la calidad del agua es de 0.01 mg/L. (5)

El plomo puede entrar al agua potable a través de la corrosión de los materiales de plomería, especialmente cuando el agua tiene elevada acidez o bajo contenido de minerales que corroen las tuberías y accesorios. Las casas construidas antes de 1986 tienen más

probabilidades de tener tuberías de plomo, accesorios y soldadura. Sin embargo, las casas nuevas también están en riesgo: aunque legalmente "sin plomo". El problema más común es con los grifos de latón o cromado y accesorios con soldadura de plomo, de la que cantidades significativas de plomo puede entrar en el agua, especialmente el agua caliente. (14)

La corrosión es una disolución o desgaste de metal causada por una reacción química entre el agua y la tubería. Un número de factores están involucrados en la medida en que el plomo entra en el agua, incluyendo la química del agua (acidez y la alcalinidad), la cantidad de plomo que entra en contacto con, el tiempo que el agua permanece en los materiales de fontanería, y la presencia de escamas protectoras o revestimientos dentro de los materiales de fontanería. (14)

#### **3.2.4 Principales vías de absorción del plomo.**

Alrededor del 10-20% del plomo es absorbido por los intestinos. Generalmente los efectos del envenenamiento por plomo son neurológicos o teratógenos. El plomo orgánico causa necrosis de neuronas. El plomo inorgánico crea degeneración axónica. Ambas especies de plomo causan edema cerebral y congestión. Los compuestos orgánicos del plomo se absorben rápidamente y por lo tanto suponen un mayor riesgo. Los compuestos orgánicos del plomo pueden ser cancerígenos. Las mujeres son generalmente más susceptibles al envenenamiento que los hombres. El plomo causa alteraciones menstruales, infertilidad y aumenta el riesgo de aborto. Los fetos son más susceptibles al envenenamiento por plomo que las madres, e incluso los fetos protegen a la madre del envenenamiento por plomo. (3)

En el organismo humano, el plomo inorgánico no se metaboliza, sino que se absorbe, se distribuye y se excreta directamente. La velocidad a que se absorbe el plomo depende de su forma química, física y de las características fisiológicas de la persona expuesta (edad y estado nutricional). La cantidad de plomo absorbida en el tracto gastrointestinal de los adultos suele estar comprendida entre el 10% y el 15% de la cantidad ingerida en los niños y las mujeres embarazadas, la cantidad absorbida puede aumentar hasta en un 50%. También se incrementa significativamente en condiciones de ayuno y en casos de déficit de hierro o calcio. Una vez en la sangre, el plomo se distribuye en tres compartimentos: la sangre, los tejidos blandos (riñón, médula ósea, hígado y cerebro) y el tejido mineralizado (huesos y dientes). El tejido mineralizado contiene aproximadamente el 95% de la carga corporal total de plomo en los adultos. El plomo en los tejidos mineralizados se acumula en sub compartimentos que difieren en la velocidad de reabsorción del plomo. En el hueso existe un componente lábil, que intercambia rápidamente el plomo con la sangre y un reservorio inerte. El plomo del reservorio inerte representa un riesgo especial, pues constituye una posible fuente endógena de plomo. Cuando el organismo se encuentra en condiciones fisiológicas de estrés, como durante el embarazo, la lactancia o una enfermedad crónica, este plomo normalmente inerte puede movilizarse y aumentar los niveles de plomo en sangre. Debido a la existencia de estos depósitos de plomo móviles, con frecuencia deben transcurrir varios meses o incluso años para observar una disminución significativa en los niveles sanguíneos de plomo, incluso tras la eliminación total de la fuente de exposición. El 99% del plomo en la sangre está asociado con los eritrocitos; el 1% restante está presente en el plasma, donde se encuentra disponible para ser transportado a los tejidos. El plomo en la sangre que no se retiene se

excreta a través de los riñones o del aclaramiento biliar al tracto gastrointestinal. En estudios de exposición única en adultos, el plomo muestra una semivida en sangre de aproximadamente 25 días; en los tejidos blandos, de unos 40 días; y en la porción no lábil de los huesos, de más de 25 años. (3)

### **3.2.5 Efectos del plomo.**

El plomo afecta todos los órganos y sistemas. Actúa como agonista o antagonista de las acciones del calcio y se relaciona con proteínas que poseen los grupos sulfidrílicos, amina, fosfato y carboxilo. El nivel sanguíneo de plomo materno aumenta el riesgo fetal y de alteraciones neurológicas en los recién nacidos. Los embarazos con niveles elevados de plomo en la sangre tienen un riesgo mayor de partos prematuros, abortos espontáneos, muertes fetales y de recién nacidos con peso bajo para su edad gestacional. En niños, se ha asociado la exposición al plomo con ausencias más frecuentes a la escuela, menor rendimiento escolar, intervalos de reacción prolongados y coordinación mano-ocular disminuida. La inmadurez fisiológica de fetos e infantes (hasta la edad de 36 meses) aumenta el riesgo de que el plomo penetre al sistema nervioso central, lo que puede resultar en alteraciones neurológicas o de conducta permanente. El plomo también puede afectar los sistemas renal, endocrino y sanguíneo. No existe un nivel de plomo en sangre que se pueda considerar inocuo en niños. La ausencia de síntomas no excluye el envenenamiento por plomo. Algunos estudios sugieren que el plomo continúa ejerciendo efectos negativos en la conducta social juvenil. Los efectos inmediatos del plomo son neurológicos, pero el envenenamiento en la infancia puede conducir más tarde a problemas renales, hipertensión arterial y problemas de la reproducción. (15)

### 3.2.6 Efectos neurológicos.

Los problemas neurológicos se pueden presentar aún en individuos con niveles de plomo en sangre considerados seguros ( $<10 \mu\text{g/dL}$ ). Individuos aún sin síntomas, especialmente niños, pueden tener daño neurológico. En los niños, la exposición aguda a dosis altas de plomo puede causar encefalopatía, con la presencia de ataxia, convulsiones, hiperirritabilidad, estupor, coma y muerte. Varios estudios en niños se refieren a diferentes niveles sanguíneos de plomo asociados con encefalopatía, pero un nivel  $\geq 70 \mu\text{g/dL}$  indica un riesgo alto de presentar la complicación. Este nivel está asociado con daño neurológico o alteraciones de conducta a largo plazo, aunque el niño aún no presente síntomas y signos de encefalopatía. (15).

Algunos estudios muestran que, por cada  $10 \mu\text{g/dL}$  de aumento de plomo en sangre, el cociente de inteligencia baja 4 a 7 puntos. La exposición al plomo también está asociada con otros problemas neuropsicológicos, disminución de la atención con hiperactividad, sordera, alteraciones del balance y de los nervios periféricos. Algunos de estos defectos persisten en la edad adulta. Los individuos expuestos al plomo pueden presentar las mismas complicaciones que presentan los niños, pero a niveles más altos de plomo en sangre. Los síntomas precursores de la encefalopatía incluyen somnolencia, irritabilidad, disminución de la atención, la memoria y presencia de temores, los cuales pueden ocurrir con niveles más bajos de plomo en sangre. En la realidad clínica, los síntomas y signos no necesariamente ocurren en la forma esperada; algunos síntomas ocurren a niveles más bajos, otros a niveles más altos. Existen otros síntomas que pueden ocurrir a niveles de  $40$  a  $120 \mu\text{g/dL}$ ; estos incluyen disminución de la habilidad de entender, intervalo de reacción, actividad visual motora, cociente de inteligencia, memoria y

concentración. Esta persona también puede presentar depresión, cefaleas, cambios del estado de ánimo, dolores de cabeza, mareos, fatiga, impotencia, irritabilidad, letargia, nerviosidad, malestar general, parestesias y debilidad. Además, se describe problemas de equilibrio postural y alteraciones de los nervios periféricos. Los trabajadores expuestos a niveles altos de plomo muestran parálisis del nervio radial, debido a disminución de la conducción del nervio y debilidad muscular. (15).

### **3.2.7 Efectos renales.**

La severidad de la exposición al plomo se relaciona directamente con los efectos en el riñón. Una exposición severa por un periodo breve se le asocia con alteraciones reversibles de la función tubular proximal, glicosuria, aminoaciduria, hiperfosfaturia. Sin embargo, exposiciones continuas o repetidas pueden conducir a nefropatía crónica (nefritis intersticial), que es generalmente irreversible. No se conoce el nivel mínimo de plomo que causa esta complicación, pero varios estudios indican una concentración  $>60 \mu\text{g/dL}$ . Tampoco existe alguna prueba de diagnóstico de daño renal temprano. Pero, para evaluar la condición renal se emplea la creatinina en sangre y la prueba de la depuración de la creatinina. Algunos estudios encuentran un aumento acelerado de la creatinina o disminución de la depuración de la creatinina cuando los niveles de plomo en la sangre son  $<60 \mu\text{g/dL}$ . Los efectos del plomo en ocasiones anteriores, por ejemplo durante la infancia, pueden favorecer la disminución de la función renal o la progresión a la fase crónica. En niños, los efectos renales de la intoxicación aguda parecen reversibles y la recuperación ocurre generalmente dentro de los dos meses de tratamiento. El tratamiento parece que previene la progresión de la

nefropatía aguda a nefritis intersticial crónica. La enfermedad renal puede mantenerse asintomática hasta sus estadios tardíos, a menos que se la descubra mediante pruebas de laboratorio. La exposición al plomo también puede causar hipertensión arterial de origen renal. Con la disminución de la función renal, la excreción de ácido úrico disminuye, lo que determina hiperuricemia y síntomas de gota. Un estudio determinó que más de la mitad de los pacientes que sufría de nefropatía relacionada con plomo presentaba síntomas de gota. Los pacientes con este tipo de gota presentan ataques menos frecuentes que los que sufren de la gota clásica. Este tipo de gota puede ocurrir en mujeres de edad reproductiva, lo que es raro en la gota clásica. Los casos de gota por intoxicación por plomo afectan al riñón más frecuentemente y la complicación es más severa que en los casos de gota clásica. (15).

### **3.2.8 Anemia.**

La presencia del plomo disminuye la producción del núcleo heme, lo que afecta la habilidad del organismo de producir hemoglobina. El plomo inhibe la dehidratasa del ácido d-amino levulínico y la actividad de la ferrochelataza. La ferrochelataza cataliza la inserción del hierro a la protoporfirina IX y es muy sensible al efecto del plomo. Con la disminución de la actividad de esta enzima aumenta la protoporfirina del glóbulo rojo. En presencia del plomo, aumenta el ácido d-amino levulínico, en sangre y plasma, así como la protoporfirina libre. Se estima que un nivel de plomo en sangre de 50 µg/dL en adultos con exposición ocupacional y de alrededor de 40 µg/dL en niños, representa el umbral de anemia, aunque otros estudios en niños sugieren un umbral más bajo (25 µg/dL). (15)

El plomo puede causar dos tipos de anemia, a menudo acompañadas con inclusiones basófilas de los eritrocitos jóvenes. Una exposición severa aguda se asocia con anemia hemolítica. La anemia no es una manifestación temprana de la intoxicación con plomo; solo se hace evidente con exposiciones altas y prolongadas. En casos de exposición crónica, el plomo produce anemia, porque interfiere con la síntesis del núcleo heme y disminuye el promedio de vida de los eritrocitos. La alteración de la síntesis del núcleo heme también afecta otros procesos biológicos del sistema nervioso, renal, endocrino y hepático. (15).

En niños existe una correlación inversa entre los niveles de plomo en la sangre y los niveles de vitamina D. El plomo previene la conversión de la vitamina D a 1, 24-dihidroxitamina D. Esta hormona, que mantiene el equilibrio del calcio intracelular y extracelular, además puede limitar el crecimiento, maduración y desarrollo de los huesos y dientes. Estos efectos son evidentes en casos de exposición crónica con niveles sanguíneos elevados (62 µg/dL) y desnutrición crónica, especialmente relacionada a deficiencia de calcio, fósforo y vitamina D. (15).

En casos severos de envenenamiento, los niños o adultos pueden quejarse de cólicos severos, que pueden ser considerados equivocadamente como apendicitis o abdomen agudo. (15)

### **3.2.9 Efectos cardiovasculares.**

La hipertensión arterial está relacionada con varios factores de riesgo; estos factores incluyen la edad, peso corporal, dieta y actividad física. La exposición al plomo puede ser otro factor que contribuye al desarrollo de

la hipertensión. Aunque la exposición a niveles bajos o moderados de plomo (nivel sanguíneo  $<30 \mu\text{g/dL}$ ) solo muestra una relación mínima, los niveles más elevados, generalmente relacionados a contactos ocupacionales, aumentan el riesgo de hipertensión arterial y enfermedad cerebrovascular. Comparados con los controles, los adultos que sufrieron de envenenamiento con plomo durante la infancia tienen un riesgo mayor de hipertensión. Esta asociación también ha sido encontrada en estudios de población con niveles de plomo en sangre  $<30 \mu\text{g/dL}$ . Se estima que la intoxicación con plomo causa hasta el 2% de casos de hipertensión arterial. (15)

### **3.2.10 Sistema reproductor.**

La exposición al plomo causa disminución de la cuenta total y aumento en la proporción de espermatozoides anormales. Los efectos comienzan con niveles de alrededor de  $40 \mu\text{g/dL}$ . La exposición crónica, aparte del efecto de una exposición aguda, también disminuye la concentración, cuenta total y motilidad de los espermatozoides. Se desconoce la duración de estos efectos nocivos, después que cesa la exposición al plomo. (15)

No se conoce con certeza si el plomo a niveles bajos afecta el resultado de los embarazos. Pero, existe una asociación clara entre la exposición a nivel ocupacional y las consecuencias en el embarazo. Algunos estudios, que comparan a mujeres embarazadas con niveles sanguíneos más elevados de plomo que viven cerca de fundiciones con otras que viven lejos, muestran aumento de la frecuencia de abortos espontáneos, muertes fetales y partos prematuros. Pero no todos los estudios encuentran esta asociación. (15)

Durante el embarazo, el plomo entra libremente al compartimiento fetal, por lo que afecta la viabilidad fetal y el desarrollo del niño durante la vida extrauterina. Aún con niveles sanguíneos bajos (14 µg/dL), la exposición al plomo puede aumentar el riesgo de partos prematuros y de recién nacidos con peso menor que el esperado. Un estudio encontró una asociación del plomo con anomalías congénitas, como testículos no descendidos y complicaciones de la piel. Pero, no se ha demostrado anomalías congénitas mayores relacionadas con el plomo. (15)

### 3.3 IÓN SELECTIVO:

Los electrodos de Ión Selectivo son dispositivos de medición los cuales detectan diferentes especies de Iones en soluciones. Los electrodos de Ion Selectivo están compuestos de una membrana sensora incorporada a un cuerpo rígido. (11)

Las mediciones con un electrodo de ión selectivo (ISE) se pueden usar para medir concentraciones en agua, alimentos, muestras farmacéuticas y biológicas. En todo el mundo se han desarrollado y publicado muchos métodos analíticos usando ISEs. La gran variedad de métodos analíticos que están disponibles son la ventaja principal de la tecnología del electrodo de ión selectivo. Los electrodos de ión selectivo se pueden usar como indicadores del punto final o para realizar mediciones directas y técnicas incrementales. (11)

Las mediciones con electrodo son más fáciles y rápidas que con otras técnicas analíticas. El tiempo del análisis generalmente es de un minuto. En comparación a métodos como el de absorción atómica o cromatografía, el costo de preparación es menor y no se requiere equipo costoso. Los métodos se adaptan al laboratorio y al campo. El color o la

turbidez de la muestra no afectan la medición. Una gran variedad de técnicas analíticas está disponible para el analista. (11)

### **3.3.1 Ventajas:**

- No se ve afectado por el color o turbidez de la muestra.
- Puede medir muestras dentro de un rango de concentración muy amplio.
- Duradero y fuerte.
- Respuesta rápida de los resultados.
- Medición en tiempo real.
- Bajo costo de operación.
- Fácil de usar.

### **3.3.2 Desventajas:**

- Problemas con interferencias entre los iones y otros elementos.
- Acomplejamiento de las muestras.

### **3.3.3 Efecto de temperatura.**

Dado que los potenciales de electrodo se ven afectados por los cambios en temperatura, las muestras y soluciones estándar deben estar dentro de  $\pm 1$  ° C ( $\pm 2$  ° F) uno del otro. En el plano  $10^{-3}$  M, un 1 ° C de diferencia en temperatura da como resultado errores de más de 4%. El potencial del electrodo de referencia cambia lentamente con la temperatura debido a los equilibrios de solubilidad de los que depende el

electrodo. Los cambios de temperatura, el medidor y electrodo debe ser recalibrado. El electrodo puede ser utilizado a temperaturas de 0 a 80 ° C, a condición de que la temperatura de equilibrio se haya producido. Para el uso a temperaturas sustancialmente diferentes de la temperatura ambiente, estándares de calibración deben estar a la misma temperatura que muestras. El electrodo debe ser utilizado de forma intermitente en temperaturas de disolución por encima de 80 ° C. (7)

#### **3.3.4 Interferencia:**

El electrodo no responde a los aniones o cationes. Los iones férricos y cadmio también afectan a la superficie de la membrana, si el nivel de los iones férricos o cadmio exceden el nivel de iones de plomo presentes en la muestra. Si el nivel de iones férrico o cadmio son menos que el nivel de iones de plomo, no se producirá interferencia. Los iones férricos pueden ser eliminados ajustando el pH de la muestra a 4 anteriormente con hidróxido de sodio. Si el electrodo está expuesto a altos niveles de iones de interferencia, se puede volver inestable y lento en respuesta. Si esto sucede, restaurar el rendimiento del electrodo normal y referirse a la sección mantenimiento del electrodo. (7)

#### **3.3.5 Complejo:**

El plomo forma iones complejos con muchas especies químicas comúnmente en solución tal como acetato, citrato, tiosulfato, pirofosfato y iones hidróxido. El electrodo no responde a conductores que están enlazados a agentes complejantes, pero es capaz de responder a los iones libres que quedan en la solución. En algunos casos, los complejos pueden ser rotos por el ajuste del pH adecuado. Si el nivel de agente

complejante es conocida, la medición para la concentración total puede realizarse mediante el uso de estándares con el mismo fondo. Si un gran exceso de agente complejante es actualmente la técnica de adición conocida se puede utilizar para medir concentración total de plomo. (7)

### **3.3.6 Efecto de pH:**

Aunque el electrodo puede utilizarse en un amplio rango de pH, iones de hidrógeno pueden interferir con mediciones de los niveles bajos de iones de plomo. (7)

## **3.4 DOCUMENTACION.**

### **3.4.1 Protocolo de evaluación de parámetros de desempeño. (8)**

Cuando se realiza la evaluación de parámetros de desempeño de un método analítico es necesario contar con la documentación que sea capaz de evidenciar un objetivo, definición del sistema a evaluar, identificación de los parámetros, diseño del plan experimental y criterios de aceptación. Este debe ser específico para determinado método; debiendo ir firmado y fechado por las personas responsables así como también la aprobación del mismo.

El esquema de un protocolo de evaluación de parámetros de desempeño puede incluir los puntos siguientes:

- Objetivo: finalidad de la evaluación.
  
- Responsables: relación de las personas que llevan a cabo la evaluación y de las que la aprobarán.

- Parámetros a estudiar: los parámetros se seleccionan en función de las características de la muestra, tipo de método analítico y rango de concentración del analito.
- Muestra(s): el muestreo se realizará de acuerdo con procedimientos escritos, en los cuales se indicarán los sistemas de identificación y tratamiento previo de las muestras.
- Equipo(s): se han de identificar los equipos implicados en el proceso y comprobar que están convenientemente calificados, reflejando esto en el informe de evaluación de parámetros de desempeño.
- Métodos analíticos: existirían métodos que describen el procedimiento para la determinación de los parámetros a evaluar, con indicación de reactivos, patrones, materiales, técnicas y cálculos.
- Criterios de aceptación: se establecerán para cada uno de los parámetros y estarán basados en las necesidades o la finalidad del método y en la información recogida en la fase de desarrollo del procedimiento analítico.
- Registro de resultados: este incluirá el número de muestras, fecha del análisis, así como también el analista que realizará el parámetro.

#### **3.4.2 Informe de la evaluación de los parámetros de desempeño.** <sup>(8)</sup>

El contenido del informe de la evaluación de los parámetros de desempeño debe abarcar los siguientes datos: título, resultados, análisis

de resultados, cuadro comparativo con criterios de aceptación, conclusiones.

### **3.5 Parámetros de desempeño.** <sup>(8)</sup>

Los parámetros de desempeño que se utilizan para la evaluación del método analítico son:

- Exactitud.
- Precisión.
- Linealidad
- Intervalo o rango
- Especificidad
- Límite de detección
- Límite de cuantificación
- Robustez. (ver glosario)

## **3.6 PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR.**

### **3.6.1 Criterios de aceptación.** <sup>(4)</sup> <sup>(8)</sup>

Una vez se ha aprobado el protocolo se procede a hacer la evaluación de los parámetros de desempeño de acuerdo a lo planificado, aquí se incluye el proceso de cálculo estadístico de los distintos parámetros evaluados y la elaboración del informe de evaluación de los parámetros de desempeño. El informe de la evaluación de los parámetros de desempeño contendrá la información suficiente para poder concluir acerca de la evaluación que se ha desarrollado. Debe incluir: Protocolo de la evaluación de los parámetros de desempeño (o hacer referencia al mismo a través de un código), resultados analíticos, resultados

estadísticos, interpretación de resultados, conclusiones, la declaración de aptitud del método y cuando aplique el certificado el cual podrá incluir:

- Analito evaluado.
- Matriz o matrices ensayadas.
- Técnica utilizada.
- Documentos relacionados (protocolos, procedimientos, instrucciones de trabajo).
- Rango Validado.
- Cuadro resumen con los resultados de los parámetros de desempeño evaluados.
- Analistas autorizados para la realización del ensayo.

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

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

## **4.0 DISEÑO METODOLOGICO.**

### **4.1 TIPO DE ESTUDIO.**

El presente trabajo realizado se clasificó como bibliográfico, experimental prospectivo y retrospectivo.

- Bibliográfico: Porque se realizó una investigación bibliográfica con la finalidad de obtener toda la información teórica necesaria para la ejecución de la parte experimental del presente trabajo.
- Experimental: Con la ayuda de toda la información bibliográfica se realizó la evaluación de los parámetros de desempeño del método del ión selectivo y el análisis del agua potable para la cuantificación de plomo de la colonia Jardines de Guadalupe en el Laboratorio Fisicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Prospectivo: Porque se generó toda la información acerca del método utilizado y esta podrá ser usada para realizar determinaciones en el futuro.
- Retrospectivo: Porque ya hay información de cuantificación de plomo en agua potable en el país pero con métodos de determinación diferentes, esta información se recolectó y sirvió de base para iniciar el presente trabajo.

## **4.2 INVESTIGACION BIBLIOGRAFICA.**

### **4.2.1 Revisión bibliográfica.**

Para la realización del presente trabajo se realizó una revisión bibliográfica en:

- Biblioteca “Benjamín Orozco” de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca Central de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador.
- Biblioteca de la Universidad Salvadoreña Alberto Masferrer.
- Biblioteca de la Universidad José Simeón Cañas
- Documentación electrónica.

## **4.3 INVESTIGACION DE CAMPO.**

La investigación de campo fue realizada en la colonia Jardines de Guadalupe delimitando el área de estudio en avenida Rio Amazonas y calle El Pacifico. Ya que en la avenida Rio Amazonas hay un punto de buses y así mismo se han reportado casos de problemas renales en los habitantes. (ver anexo N° 1, figura N°5).

### 4.3.1 UNIVERSO.

El universo compuesto por 71 derechos de agua activos. El derecho de agua activo significa donde la gente está recibiendo su servicio de agua constante en la colonia Jardines de Guadalupe en Avenida Río Amazonas y calle El Pacifico.

### 4.3.2 MUESTRA.

La muestra tomada fue dirigida y puntual de acuerdo a la formula por el número de derechos activos de acuerdo al universo.

El número de derechos activos es de 71 y se distribuyen en:

Avenida Río Amazonas con 27 derechos de agua activos.

Calle El Pacifico con 44 derechos de agua activos.

Aplicando un muestreo al azar por cada sector se aplicó la siguiente fórmula para encontrar el total de muestras: <sup>(10)</sup>

$$n = \frac{N * Za^2 * p * q}{d^2 * (N - 1) + Za^2 * p * q}$$

Dónde:

n= Tamaño de la muestra

N= Tamaño de la población

Za= Nivel de confianza = 1.96

p= Probabilidad de éxito o proporción esperada = 0.05

q= Probabilidad de fracaso= 0.95

d= Precisión= 0.03.

Numero de muestras:

$$n = \frac{71 * (1.96)^2 * 0.05 * 0.95}{(0.03)^2 * (71 - 1) + 1.96^2 * 0.05 * 0.95}$$

$$n = \frac{12.955796}{0.245476}$$

$$n = 52.77825938 \approx 53$$

El total de muestras fue de 53 y se recolectaron con un muestreo al azar en el mes de septiembre del 2013 en la colonia antes mencionada. Además se tomaron como matriz para realizar parámetros de desempeño el agua potable del Laboratorio Físicoquímico de Aguas.

#### **4.4 PARTE EXPERIMENTAL.**

##### **4.4.1 Equipo necesario.<sup>(7)</sup>**

- Potenciómetro Mettler Toledo 355.
- Electrodo de plomo.
- Agitador magnético o Thermo Scientific Orion sonda agitadora.

##### **4.4.2 Materiales:<sup>(7)</sup>**

- Balones volumétricos, buretas, agitadores de vidrio, pipetas volumétricas, perillas, beakers, probetas graduadas y probetas de plástico; el material de laboratorio necesario para el análisis tiene que ser de bajo nivel de plomo.

#### 4.4.3 Reactivos:<sup>(7)</sup>

- Agua destilada o desionizada.
- Solución de plomo de llenado del electrodo. Se utilizaron los resultados óptimos <sup>TM</sup>B solución de llenado, cat. No. 900062, para el electrodo de combinación 9682BNWP plomo. La cámara interior solución de llenado, cat. N ° 900002, y cámara externa solución de llenado, cat. N ° 900003, para la doble unión electrodo de referencia que se utiliza con la 9482BN y 9482SC plomo de media celda electrodos.
- Estándar de calibración de plomo 0,1 M.
- Solución de Metanol-formaldehído. La solución de metanol-formaldehído disminuye la solubilidad y retarda la oxidación del elemento de electrodo de detección. Se preparó la solución de metanol-formaldehído en una proporción de 1:1 para todas las muestras y estándares. Preparación: se añadieron 12 gotas de formaldehído al 37% a 4 litros de metanol grado reactivo.
- Solución de ajuste iónico (ISA). ISA proporciona un constante fondo de fuerza iónica de las muestras y estándares. Esta solución se preparó de la siguiente manera: 5 M.  $\text{NaClO}_4$  - Añadir 80,25 gramos  $\text{NaClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  grado reactivo a un matraz aforado de 100 mL. Añadió 50.0 mL de agua destilada y se mezcló la solución hasta que los sólidos son disueltos. Se llevó a volumen con agua destilada y mezcló la solución a fondo.

#### 4.4.4 PREPARACIÓN DE ESTÁNDARES.<sup>(7)</sup>

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 1000 ppm:**

Pipetear 4.8 mL de la solución de estándar de plomo 0,1M en un balón volumétrico de 100.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 100 ppm:**

Pipetear 10.0 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 1000 ppm a un balón volumétrico de 100.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 10 ppm:**

Pipetear 10.0 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 100 ppm a un balón volumétrico de 100.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 1 ppm:**

Pipetear 10.0 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 10 ppm a un balón volumétrico de 100.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm:**

Pipetear 25.0 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 1 ppm a un balón volumétrico de 250.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

#### 4.4.5 PREPARACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN.<sup>(7)</sup>

Los estándares utilizados para realizar la curva de calibración se prepararon a concentraciones bajas y volúmenes pequeños que se detallan a continuación.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.5 ppm:**

Pipetear 12.5 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 1 ppm a un balón volumétrico de 25.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm:**

Pipetear 2.5 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 1 ppm a un balón volumétrico de 25.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.03 ppm:**

Pipetear 7.5 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm a un balón volumétrico de 25.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.01 ppm:**

Pipetear 2.5 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm a un balón volumétrico de 25.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

- **Preparación del estándar de plomo equivalente a 0.0048 ppm:**

Pipetear 3.75 mL de la solución estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm a un balón volumétrico de 25.0 mL. Diluir a volumen con agua desionizada y mezclar bien.

**4.4.6 PROCEDIMIENTO REALIZADO A LOS ESTÁNDARES PARA OBTENER LA CURVA DE CALIBRACIÓN DEL EQUIPO:<sup>(7)</sup>**

- a. Añadir 15.0 mL del estándar menos concentrado, 15.0 mL de la solución metanol- formaldehído y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados de 50 mL y agitar la solución para mezclar.
- b. Enjuagar el electrodo con agua destilada, secarlo y colocarlo en el vaso de precipitados con el estándar menos concentrado. Cuando la lectura se mantenga estable en la pantalla, anotó el valor mV y concentración del estándar correspondiente.
- c. Realizar el procedimiento del paso 1 con todos los estándares que conforman la curva de calibración.
- d. Con el uso de papel semi-logarítmico, se preparó una curva de calibración por el trazado de los valores de milivoltios en el eje lineal y los valores de concentración de estándar en el eje logarítmico.
- e. Usando la curva de calibración preparada en el paso 4, se determinaron las concentraciones reales de los estándares.

Nota: Otros volúmenes de solución se pueden utilizar, siempre y cuando la relación de solución de metanol-formaldehído para ISA sigue siendo 50:50:2.

#### **4.4.7 PROTOCOLO DE LOS PARAMETROS DE DESEMPEÑO.**

El protocolo se realizó tomando como base los parámetros de desempeño a utilizar que se seleccionaron en función del método analítico del Ión Selectivo de acuerdo a la bibliografía consultada así mismo fue el desarrollo de cada uno de ellos y se establecieron los criterios de aceptación correspondientes basándose en la finalidad del método. (Ver anexo N°10)

#### **4.4.8 EVALUACION DE LOS PARAMETROS DE DESEMPEÑO DEL METODO.**(1),(4),(6),(8)

##### **4.4.8.1 SELECTIVIDAD.**

- Se prepararon cuatro soluciones de plomo al 0.01 ppm se contaminaron tres de ellas con estándar de hierro a una concentración de 0.3 ppm, 0.01 ppm y 0.005 ppm luego se procedió a analizarlas por el método del ión selectivo.

##### **Procedimiento:**

- Se prepararon cuatro soluciones estándar de plomo al 0.01 ppm partiendo de una solución de estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm.

- Se contaminaron tres soluciones de estándar de plomo al 0.01 ppm con estándar de hierro a una concentración de 0.3 ppm, 0.01 ppm y 0.005 ppm.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones estándar por medio de la curva de calibración realizada el mismo día del análisis.

El electrodo no responde a los aniones o cationes. Los iones férricos y cadmio también afectan la superficie de la membrana, si el nivel de los iones férricos o cadmio exceden el nivel de iones de plomo presentes en la muestra estos producen interferencia. Si el nivel de iones férrico o cadmio son menos que el nivel de iones de plomo, no se producirá interferencia. Los iones férricos pueden ser eliminados ajustando el pH de la muestra a 4 anteriormente con hidróxido de sodio. Si el electrodo está expuesto a altos niveles de iones de interferencia, se puede volver inestable y lento en respuesta.

#### **4.4.8.2 LINEALIDAD DEL SISTEMA.**

Se realizó analizando por el método del ion selectivo cinco soluciones estándar de plomo por triplicado con concentraciones de 0.5ppm, 0.1ppm, 0.03ppm, 0.01ppm y 0.0048 ppm de plomo.

**Procedimiento:**

- Se prepararon cinco soluciones estándar de plomo por triplicado con concentraciones de 0.5 ppm, 0.01 ppm, 0.03 ppm, 0.01 ppm y 0.0048. Partiendo de las soluciones estándar de plomo equivalentes a 1ppm y 0.1 ppm.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios. Luego se calculó el valor de la pendiente ( $b_1$ ), la ordenada al origen ( $b_0$ ), coeficiente de determinación ( $r^2$ ), intervalo de confianza de la pendiente ( $IC(\beta_1)$ ), intervalo de confianza para la ordenada al origen ( $IC(\beta_0)$ ) y el coeficiente de variación de regresión ( $CV_{xy}$ ).

Pendiente:

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

Ordenada al origen:

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

Coeficiente de determinación:

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

Intervalo de confianza para la pendiente:

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

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

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

Intervalo de confianza para la ordenada al origen:

$$\tilde{x} = \frac{\sum x}{n}$$

$$S_{b_0} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(\tilde{x})^2}{\sum x - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$IC(\beta_0) = b_0 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_0}$$

Coefficiente de variación de regresión:

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

#### 4.4.8.3 LINEALIDAD DEL METODO.

Se prepararon tres matrices de agua potable por triplicado y se le adicionaron cantidades de estándar de plomo equivalentes a 0.0075 ppm, 0.01 ppm y 0.0125 ppm. Luego se analizaron por el método del ión selectivo.

**Procedimiento:**

- Se prepararon tres matrices de agua potable por triplicado realizando a cada una el tratamiento de muestras.
- A las matrices preparadas se le adicionó una cantidad de estándar de plomo al 0.0075 ppm, 0.01 ppm y 0.0125 ppm por triplicado, partiendo del estándar de plomo de 0.1 ppm y manteniendo constante la cantidad de matriz analítico en los tres niveles.
- Se realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable. Luego se realizaron las lecturas con el electrodo de plomo.
- Los matrices adicionados se analizaron por un mismo analista bajo las mismas condiciones y se reportó la cantidad adicionada vrs. cantidad recuperada. Se calculó el valor de la pendiente ( $b_1$ ), la ordenada al origen ( $b_0$ ), coeficiente de determinación ( $r^2$ ), intervalo de confianza de la pendiente ( $IC(\beta_1)$ ), intervalo de confianza para la ordenada al origen ( $IC(\beta_0)$ ) y el coeficiente de variación de regresión ( $CV_{x/y}$ ). Usando las siguientes formulas:

Pendiente:

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

Ordenada al origen:

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

Coeficiente de determinación:

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

Intervalo de confianza de la pendiente:

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

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

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

Intervalo de confianza para la ordenada al origen:

$$\tilde{x} = \frac{\sum x}{n}$$

$$S_{b_0} = S_{y/x} \sqrt{\frac{1}{n} + \frac{(\tilde{x})^2}{\sum x^2 - \frac{(\sum x)^2}{n}}}$$

$$IC(\beta_0) = b_0 \pm t_{0.975, n-2} S_{b_0}$$

Coeficiente de variación de regresión:

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

#### 4.4.8.4 RANGO.

**Procedimiento:**

Este parámetro se estableció mediante el valor máximo cuantificable obtenido en la linealidad y el valor mínimo obtenido en el límite de cuantificación.

#### 4.4.8.5 EXACTITUD.

La exactitud del método se demostró analizando una solución de referencia. Luego se prepararon diez réplicas del material de referencia con una concentración de plomo equivalente a 0.01 ppm y se analizaron por el método del ión selectivo.

**Procedimiento:**

- Se preparó una solución de referencia de concentración equivalente a 0.01ppm de plomo la cual dio como resultado un valor de referencia.
- Se prepararon diez réplicas del material de referencia a una concentración equivalente a 0.01 ppm y se realizó el tratamiento de muestra.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable y se realizaron las lecturas con el electrodo de plomo.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.

Para verificar la veracidad utilizando un material de referencia, se determinó la media y la desviación estándar de la serie de réplicas de la prueba y se comparó contra el valor caracterizado del material de referencia.

Media aritmética:

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

Desviación estándar:

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

Contraste “t”

$$t = \frac{\tilde{x} - x_{ref.} \sqrt{n}}{s}$$

Dónde:

$\tilde{x}$ : Media.

$x_{ref.}$ : Valor de referencia.

s: Desviación estándar.

n: Numero de muestra.

#### 4.4.8.6 PRECISION.

##### 4.4.8.6.1 Repetibilidad.

Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.02 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, analista, instrumento y laboratorio.

##### **Procedimiento:**

- Se prepararon diez soluciones estándar de plomo a una concentración de 0.02 ppm partiendo de la solución de estándar de plomo correspondiente a 0.1 ppm. Manteniendo las condiciones de: día, analista, instrumento y laboratorio.
- Se realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.

La estimación de la repetibilidad del método se determinó con el cálculo de la media aritmética, desviación estándar y coeficiente de variación de las respuestas obtenidas

Media aritmética:

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

Desviación estándar:

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

Coeficiente de variación:

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

#### 4.4.8.6.2 Precisión intermedia.

Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.01 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, instrumento y laboratorio, variando su realización con dos analistas diferentes.

##### **Procedimiento:**

- Se prepararon diez soluciones estándar de plomo a una concentración de 0.01 ppm partiendo de la solución estándar de plomo correspondiente a 0.1 ppm. Manteniendo las condiciones de: día, instrumento y laboratorio, variando su realización con dos analistas diferentes.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente.

- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.

La estimación de la precisión intermedia del método se determinó con el cálculo de las desviaciones estándar y una prueba de Fischer, para determinar si existe diferencia significativa entre los resultados de los analistas que emplearon el mismo método.

Media aritmética:

$$\tilde{y} = \frac{\sum y}{n}$$

Desviación estándar:

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

Prueba de Fischer: Se utiliza para determinar si existe diferencia significativa entre los resultados de los analistas que emplearon el mismo método. Se determina como sigue:

$S_1$  - Desviación estándar de la condición 1.

$S_2$  - Desviación estándar de la condición 2.

Se calcula:

$$F = \frac{S_1^2}{S_2^2}, \text{ de forma tal que } F \geq 1.$$

El valor crítico (F tabulado) debe consultarse en las tablas estadísticas. Para emplear estas tablas debe hallarse primero el número de grados de libertad, el cual es igual a n-1, donde n es el número de muestras para un

analista individual. Si  $F_{exp} < F_{tab}$  no existe diferencia significativa entre la precisión alcanzada por los analistas.

#### **4.4.8.7 LIMITE DE CUANTIFICACION.**

El límite de cuantificación se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ión selectivo.

##### **Procedimiento:**

- Se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente. Se estableció visualmente la concentración límite que permite cuantificar con razonable precisión y exactitud la respuesta obtenida.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.

Con los datos obtenidos se calculó:

Pendiente:

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

Coficiente de determinación:

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

Intervalo de confianza para la pendiente:

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

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

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

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

Para los blancos se calculó la desviación estándar (Sb) de estos por la siguiente ecuación:

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

Límite de cuantificación:

$$LC = \frac{10 * S_b}{b_1}$$

Dónde:

LC= límite de cuantificación.

$S_b$ = desviación estándar de los blancos.

$b_1$ = pendiente

#### 4.4.8.8 LIMITE DE DETECCION.

El límite de detección se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ión selectivo.

##### **Procedimiento:**

- Se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos.
- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.
- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente, estableciendo visualmente el nivel mínimo en el que este puede detectarse fielmente.
- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.

El límite de detección se calculó a partir de la dilución en que no se pueda distinguir la respuesta del analito de la del blanco. Luego se calculó:

Pendiente:

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

Coefficiente de determinación:

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

Intervalo de confianza para la pendiente:

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

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

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

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

Para los blancos se calculó la desviación estándar con la siguiente fórmula:

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

Límite de detección:

$$LD = \frac{3 \times S_b}{b_1}$$

#### 4.4.8.9 ROBUSTEZ.

##### Procedimiento para determinar la robustez:

Se establecieron los factores propios del método los cuales se consideran críticos, estos fueron: temperatura (baja, normal y alta) y humedad. La temperatura baja se trabajó a 19.4°C y humedad de 50%, la temperatura normal fue de 22.5°C y humedad de 48%, la temperatura alta de 25.8°C y 45% de humedad; la evaluación de este parámetro se realizó con dos repeticiones de una solución estándar de plomo con concentración de 0.01 mg/mL para cada temperatura y humedad especificados.

Se procedió a calcular la media aritmética de las condiciones ambientes y condiciones controladas, luego se calculará la diferencia absoluta de cada condición respecto a condición normal. Las fórmulas a utilizar son las siguientes:

Media aritmética a temperatura ambiente:

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

Dónde:

$n_0$  = Numero de mediciones a temperatura ambiente.

$y_0$  = Temperatura a condición normal.

Media aritmética para el análisis a temperaturas controladas:

$$\tilde{y}_i = \frac{\sum y_i}{n_i}$$

$n_i$  = Número de mediciones a temperatura controlada.

$y_i$  = Temperatura a condiciones controladas.

Diferencia absoluta de la media aritmética de cada condición respecto a la media aritmética de la condición normal.

$$d_1 = \tilde{y}_0 - \tilde{y}_i$$

#### 4.4.9 CRITERIOS DE ACEPTACION: (1),(4),(6),(8).

Son los criterios que se establecen para cada parámetro de desempeño, con el fin de evaluar los resultados del estudio, estos criterios deben de mantenerse a lo largo de toda la evaluación de parámetros de desempeño y cualquier cambio debe de ser justificado.

A continuación se presentan los criterios de aceptación para cada parámetro en estudio.

#### CUADRO N° 1 CRITERIOS DE ACEPTACIÓN.

Parámetros	Criterios de aceptación	Referencia
Selectividad	La respuesta del método debe de ser únicamente debida al analito.	CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología), Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos, elaborado y revisado por Gilma Molina, aprobado por Ing. Evelin de Venegas,(4)
Linealidad del sistema	Coeficiente de determinación ( $r^2$ ) $\geq$ 0.98 Intervalo de Confianza (IC( $\beta_1$ )) no debe incluir al cero.	CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología), Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos, elaborado y revisado por Gilma Molina, aprobado por Ing. Evelin de Venegas,(4)

Continuación cuadro N°1

Linealidad del método	<p>Coeficiente de determinación <math>r^2</math> a reportar</p> <p>El valor de la pendiente <math>IC(\beta_1)</math>, debe incluir la unidad</p> <p>El valor de la ordenada <math>IC(\beta_0)</math>, debe incluir el cero</p> <p>El <math>CV_{y/x}</math>, no mayor de 3% si es químico o espectrofotométrico</p>	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Rango	Debe incluir la concentración inferior y superior del analito, con adecuada precisión, exactitud y linealidad	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Exactitud	Si $t_{exp} < t_{tab}$ no existe diferencia significativa entre las medias obtenidas por las dos condiciones	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Precisión (Repetibilidad)	Coeficiente de Variación (CV) a reportar.	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Precisión intermedia	Si $F_{exp} < F_{tab}$ no existe diferencia significativa entre la precisión alcanzada por los analistas.	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Límite de cuantificación	$r^2 \geq 0.98$ El $IC(\beta_1)$ , no debe incluir el cero	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos. Barcelona España.(8)
Límite de detección	$r^2 \geq 0.98$ El $IC(\beta_1)$ , no debe incluir el cero	Ortega Aguirre L. y Otros. 2001. Validación de Métodos Analíticos.(8)
Robustez	$ di  \leq 3\%$ para métodos químicos o espectrofotométricos.	CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología), Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos, elaborado y revisado por Gilma Molina, aprobado por Ing. Evelin de Venegas,(4)

**4.4.10 PROCEDIMIENTO DE TOMA DE MUESTRA:<sup>(1)</sup>**

Las muestras para análisis fisicoquímico se recolectaron en frascos de polietileno con capacidad de 375 mL y con cierre hermético.

Para la toma de muestra se prosiguió de la siguiente manera:

- a. Abrir la válvula del grifo hasta alcanzar el flujo máximo dejando correr el agua durante uno o dos minutos.
- b. Disminuir la intensidad del flujo de agua para la toma posterior de la muestra.
- c. Desenroscar el tapón del frasco y enjuagar dos veces con el agua para ambientarlo.
- d. Agregar 1.0 mL de ácido nítrico concentrado y proceder a llenar el frasco completamente.
- e. Tapar el frasco con el tapón hermético y rotular.
- f. Colocar las muestras en hielera para preservarlas a temperatura de 4°C a 10°C para su posterior traslado.

**4.4.11 PROCEDIMIENTO REALIZADO PARA MEDIR LA CONCENTRACION DE PLOMO EN LAS MUESTRAS DE AGUA POTABLE RECOLECTADAS EN LA COLONIA JARDINES DE GUADALUPE, ANTIGUO CUSCATLAN:<sup>(7)</sup>**

- Se colocó el medidor en mV y se calibró el electrodo como se describe en el procedimiento de calibración directa de pequeño volumen con un medidor de modo mV.
- Pipetear 15.0 mL de muestra de agua potable, 15.0 mL de metanol-formaldehído solución y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados limpio 50 mL y agitar la solución para mezclar.
- Enjuagar el electrodo con agua destilada, secarlo y colocarlo en el vaso. Cuando la lectura se mantenga estable en la pantalla, registrar el valor en mV.
- Usando la curva de calibración preparada con los estándares, determinar la concentración desconocida de la muestra.

Retirar los electrodos de la solución muestra, lavarlos con agua destilada y secarlos con un paño suave tratando de no producir fricción, cada vez que se realice una lectura.

Con las lecturas obtenidas de cada una de las muestras se procedió a comparar cada uno con el límite de plomo según la NSO 13.07.01:08.

**CAPITULO V**  
**RESULTADOS**

## **5.0 RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS.**

Se elaboró el informe de los parámetros de desempeño para la cuantificación de plomo en agua potable, donde se puede observar el desarrollo y cumplimiento de estos, obteniéndose resultados los cuales se interpretaron en cada parámetro en estudio valiéndose de técnicas estadísticas para establecer el cumplimiento de las mismas; así como también se cuantificó el plomo presente en las muestras de agua potable recolectadas de la colonia Jardines de Guadalupe.

Se desarrollaron los procedimientos de operación de los parámetros de desempeño: selectividad, linealidad del sistema, linealidad del método, exactitud, precisión (repetibilidad), precisión intermedia, rango, límite de cuantificación, límite de detección y robustez; aplicando a cada uno de éstos el método de estudio y evaluados con sus respectivos criterios de aceptación por medio de técnicas estadísticas. A continuación se presenta el desarrollo de cada parámetro estudiado y también los resultados de cada una de las muestras de agua potable recolectadas:

### **5.1 Determinación de la selectividad del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>**

Para la determinación de la especificidad se seleccionó el hierro el cual se considera una sustancia interferente para las lecturas del electrodo de plomo y que suele encontrarse con frecuencia en el agua.

Se prepararon cuatro soluciones de plomo al 0.01 ppm se contaminaron tres de ellas con estándar de hierro a una concentración de 0.3 ppm, 0.01 ppm y 0.005 ppm luego se procedió a analizarlas por el método del ión selectivo. Los resultados se muestran en la tabla N°1.

**Tabla N°1 Resultados de la selectividad del método del ión selectivo de plomo.**

N° replicas		Lectura (mV)	Concentración real	Temperatura (°C)
1	Estándar de plomo 0.01 ppm.	-160.1	0.0072 ppm	21.7
2	Estándar de plomo 0.01 ppm- Estándar de hierro 0.3 ppm.	-130.9	7.88 ppm	21.8
3	Estándar de plomo 0.01 ppm- Estándar de hierro 0.01 ppm.	-152.0	0.06 ppm	21.6
4	Estándar de plomo 0.01 ppm- Estándar de hierro 0.005 ppm	-152.6	0.052 ppm	21.6

De acuerdo a los resultados obtenidos el hierro es un interferente en las lecturas obtenidas con el electrodo de plomo cuando este se encuentra en concentraciones mayores que el plomo.

Según los resultados obtenidos se cumple con la selectividad del método del ión selectivo de plomo.

## **5.2 Determinación de la linealidad del sistema del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>**

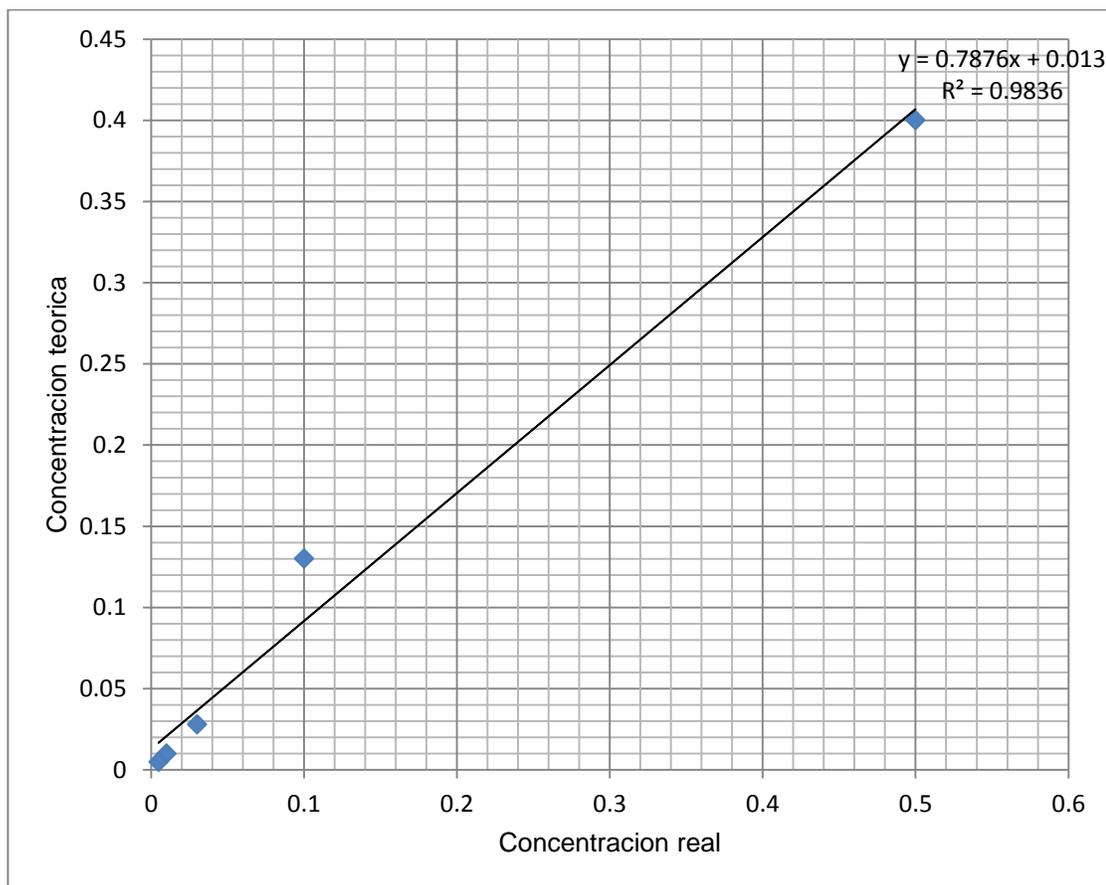
La linealidad del sistema se determinó con la preparación de cinco soluciones estándar de plomo a concentraciones de 0.5 ppm, 0.1 ppm, 0.03 ppm, 0.01 ppm y 0.0048 ppm por triplicado.

**Tabla N°2 Resultados de la linealidad del sistema para el método del ión selectivo**

N° replicas	Concentración teórica (ppm)	Lectura (mV) / T° (°C)	Lectura Promedio (mV).	Concentración Real Promedio (ppm)
1	0.5000	-145.0 / 23.4	-146	0.4000
2		-146.3 / 23.5		
3		-146.7 / 23.5		
4	0.1000	-153.2 / 22.7	-152.3	0.1300
5		-152.2 / 22.8		
6		-150.7 / 22.9		
7	0.0300	-168.6 / 21.9	-164.5	0.0300
8		-161.6 / 21.9		
9		-163.5 / 21.8		
10	0.0100	-182.9 / 22.3	-180	0.0100
11		-180.1 / 22.4		
12		-177.2 / 22.4		
13	0.0048	-184.4 / 21.2	-186	0.0048
14		-184.5 / 21.0		
15		-188.3 / 20.9		

Luego con el promedio de las lecturas de los cinco puntos de concentración se obtuvieron las concentraciones reales de cada uno de ellos utilizando la curva de calibración de los estándares planteando las lecturas obtenidas de cada punto.

El gráfico obtenido para la linealidad del sistema del método del ión selectivo es el siguiente. (Figura N°1)



**Figura N°1 Linealidad del sistema del método del Ión Selectivo de plomo.**

**Tabla N° 3 Promedio de los resultados de la linealidad del sistema del método del ión selectivo.**

N° replicas	x	y	$x^2$	$y^2$	xy
1	0.5000	0.4000	0.25	0.16	0.20
2	0.1000	0.1300	0.01	$1.69 \times 10^{-2}$	$1.3 \times 10^{-2}$
3	0.0300	0.0280	$9.0 \times 10^{-4}$	$7.84 \times 10^{-4}$	$8.4 \times 10^{-4}$
4	0.0100	0.0100	$1.0 \times 10^{-4}$	$1.00 \times 10^{-4}$	$1.0 \times 10^{-4}$
5	0.0048	0.0048	$2.3 \times 10^{-5}$	$2.30 \times 10^{-5}$	$2.3 \times 10^{-5}$
	$\Sigma x=0.6448$	$\Sigma y=0.5728$	$\Sigma x^2=0.2610$	$\Sigma y^2=0.1778$	$\Sigma xy=0.2139$

Ejemplo de la realización de los cálculos:

Pendiente de la linealidad del sistema del método del ión selectivo de plomo:

$$b_1 = \frac{5(0.2139) - (0.6448)(0.5728)}{5(0.2610) - (0.6448)^2}$$

$$b_1 = 0.7874$$

Pendiente al origen de la linealidad del sistema del método del ión selectivo de plomo:

$$b_0 = \frac{0.5728 - 0.7874(0.6448)}{5}$$

$$b_0 = 0.0130.$$

Coefficiente de determinación de la linealidad del sistema del método del ión selectivo de plomo:

$$r^2 = \frac{\{(5 \times 0.2139) - (0.6448 \times 0.5728)\}^2}{\{5(0.2610) - (0.6448)^2\} \{5(0.1778) - (0.5728)^2\}} = 0.9829.$$

Desviación estándar de la linealidad del sistema para el método del ión selectivo de plomo :

$$S = \sqrt{\frac{5(0.1778) - (0.5728)^2}{5 \times 4}} = 0.16746$$

Coefficiente de variación de la linealidad del sistema para el método del ión selectivo de plomo:

$$CV = \frac{0.16746}{100.66} \times 100 = 0.16636\%$$

Media aritmética:

$$\bar{x} = \frac{\sum x}{n} = \frac{0.6448}{5} = 0.12896$$

Intervalo de confianza para la pendiente de la linealidad del sistema del método del ión selectivo de plomo:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{0.1778 - 0.7874(0.2139) - 0.0130(0.5728)}{3}}$$

$$S_{y/x} = 0.02535$$

$$S_{b_1} = 0.02535 \sqrt{\frac{1}{0.2610 - \frac{(0.6448)^2}{5}}}$$

$$S_{b_1} = 0.0601$$

El valor de tabla de la distribución t de Student, se determina para un t de 0.975, n-1 grados de libertad, siendo "n" el número de réplicas.

Ejemplo: n = 5 para n-2, corresponde a 5-2 = 3 y para tres grados de libertad el de t de Student de tabla es de 3.182.

$$IC(b_1) = 0.7874 \pm (3.182) \cdot (0.0601)$$

$$IC(b_1) = 0.9786, 0.5962$$

Intervalo de confianza de la pendiente al origen de la linealidad del sistema para el método del ión selectivo de plomo.

$$S_{b_0} = 0.02535 \sqrt{\frac{1}{5} + \frac{(0.12896)^2}{0.2610 - \frac{(0.6448)^2}{5}}}$$

$$S_{b_0} = 0.01373$$

$$IC(b_0) = 0.0130 \pm (3.182)(0.01373)$$

$$IC(b_0) = 0.05669, -0.03069.$$

Coeficiente de variación de regresión de la linealidad del sistema para el método del ión selectivo de plomo:

$$CV_{y/x} = \frac{0.02535}{100.66} \times 100$$

$$CV_{y/x} = 0.02518.$$

De acuerdo a los resultados obtenidos en la linealidad del sistema del método del ión selectivo de plomo cumple ya que el  $r^2 = 0.9829$  y el intervalo de confianza  $IC(\beta_1)$  es de 0.9786 y 0.5962.

### 5.3 Determinación de la linealidad del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

Se prepararon tres matrices de agua potable por triplicado y se le adicionaron cantidades de estándar de plomo equivalentes a 0.0075 ppm, 0.01 ppm y 0.0125 ppm. Luego se analizaron por el método del ión selectivo.

**Tabla N°4 Resultados obtenidos en la linealidad del método del ión selectivo de plomo.**

N° de replicas	Concentración teórica (ppm)	Lectura (mV)	Temperatura (°C)	Lectura Promedio (mV)	Concentración real (ppm)
1	0.0075	-122.7	19.7	-122.7	0.0075
2		-102.7	19.5		-
3		-96.8	19.5		-
4	0.0100	-117.8	19.9	-117.5	0.0100
5		-118.0	19.7		0.0098
6		-116.7	19.7		0.0110
7	0.0125	-116.2	19.8	-115.4	0.0120
8		-115.3	19.6		0.0125
9		-114.7	19.7		0.0127

De los datos obtenidos en la concentración de 0.0075 ppm solo se utilizó el de la réplica número 1 ya que las réplicas 2 y 3 dan variabilidad en los resultados por dicha razón no se utilizaran para calcular la linealidad del método del ión selectivo de plomo.

**Tabla N°5 Resultados con los que se determinó la linealidad del método.**

	X	y	x <sup>2</sup>	y <sup>2</sup>	Xy
1	0.0075	0.0075	5.62 x 10 <sup>-5</sup>	5.62 x 10 <sup>-5</sup>	5.62 x 10 <sup>-5</sup>
2	0.0100	0.0100	1.0 x 10 <sup>-4</sup>	1.00 x 10 <sup>-4</sup>	1.0 x 10 <sup>-4</sup>
3	0.0100	0.0098	1.0 x 10 <sup>-4</sup>	9.60 x 10 <sup>-5</sup>	9.8 x 10 <sup>-5</sup>
4	0.0100	0.0110	1.0 x 10 <sup>-4</sup>	1.21 x 10 <sup>-4</sup>	1.1 x 10 <sup>-4</sup>
5	0.0125	0.0120	1.56 x 10 <sup>-4</sup>	1.44 x 10 <sup>-4</sup>	1.5 x 10 <sup>-4</sup>
6	0.0125	0.0125	1.56 x 10 <sup>-4</sup>	1.56 x 10 <sup>-4</sup>	1.56 x 10 <sup>-4</sup>
7	0.0125	0.0127	1.56 x 10 <sup>-4</sup>	1.61 x 10 <sup>-4</sup>	1.59 x 10 <sup>-4</sup>
	$\sum x=0.075$	$\sum y=0.0755$	$\sum x^2=8.242 \times 10^{-4}$	$\sum y^2=8.342 \times 10^{-4}$	$\sum xy=8.292 \times 10^{-4}$

Ejemplo de la realización de los cálculos de la linealidad del método:

Pendiente para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$b_1 = \frac{7(8.292 \times 10^{-4}) - (0.075)(0.0755)}{7(8.242 \times 10^{-4}) - (0.075)^2}$$

$$b_1 = 0.9826$$

Pendiente al origen para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$b_0 = \frac{0.0755 - 0.9826(0.075)}{7}$$

$$b_0 = 2.578 \times 10^{-4}$$

Coeficiente de determinación para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$r^2 = \frac{\{(7 \times 8.292 \times 10^{-4}) - (0.075 \times 0.0755)\}^2}{\{(7 \times 8.242 \times 10^{-4}) - (0.075)^2\} \{(7 \times 8.342 \times 10^{-4}) - (0.0755)^2\}}$$

$$r^2 = 1$$

Desviación estándar para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$S = \sqrt{\frac{7(8.342 \times 10^{-4}) - (0.0755)^2}{7 \times 6}} = 1.82019$$

Coeficiente de variación para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$CV = \frac{1.82019}{100.8} \times 100 = 1.8057 \times 10^{-3} \%$$

Intervalo de confianza para la pendiente para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{8.342 \times 10^{-4} - 0.9826(8.292 \times 10^{-4}) - (2.578 \times 10^{-4})(0.0755)}{5}}$$

$$S_{y/x} = 4.0 \times 10^{-4}$$

$$S_{b_1} = 4.0 \times 10^{-4} \sqrt{\frac{1}{8.242 \times 10^{-4} - \frac{(0.075)^2}{7}}}$$

$$S_{b_1} = 0.08806$$

$$IC(b_1) = 0.9826 \pm (2.571) \cdot (0.08806)$$

$$IC(b_1) = 1.209, 0.7562$$

Media aritmética:

$$\bar{X} = \frac{0.075}{7} = 0.0107$$

Intervalo de confianza para la pendiente al origen para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$S_{b_0} = 4.0 \times 10^{-4} \sqrt{\frac{1}{7} + \frac{(0.0107)^2}{8.242 \times 10^{-4} - \frac{(0.075)^2}{7}}}$$

$$S_{b_0} = 9.54 \times 10^{-4}$$

$$IC(b_0) = 2.578 \times 10^{-4} \pm (2.571)(9.54 \times 10^{-4})$$

$$IC(b_0) = 0.00270, -0.00219$$

Coeficiente de variación de regresión para determinar la linealidad del método del ión selectivo de plomo:

$$CV_{y/x} = \frac{4.0 \times 10^{-4}}{100.8} \times 100$$

$$CV_{y/x} = 3.966 \times 10^{-4}$$

Según los resultados obtenidos de la linealidad del método cumple porque el  $r^2=1$ , el valor de la pendiente  $IC(\beta_1)$  es de 1.209; 0.7562, el valor de la ordenada  $IC(\beta_0)$  es de 0.00270, -0.00219, el coeficiente de variación de regresión  $CV_{y/x}$  es de  $3.966 \times 10^{-4}$ .

#### 5.4 Determinación de la exactitud del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

La exactitud del método se demostró analizando una solución de referencia. Luego se prepararon diez réplicas del material de referencia con una concentración de plomo equivalente a 0.01 ppm y se analizaron por el método del ión selectivo.

**Tabla N°6 Resultados de la exactitud del método del ión selectivo de plomo.**

N° replicas	Concentracion teorica (ppm)	Lectura (mV)	Temperatura °C
	Blanco	-154.8	20.4
1	St. 0.01	-148.3	20.6
2	St. 0.01	-149.9	20.5
3	St. 0.01	-149.0	20.5
4	St. 0.01	-150.0	21.6
5	St. 0.01	-150.5	21.8
6	St. 0.01	-149.8	22.0
7	St. 0.01	-149.0	21.0
8	St. 0.01	-148.0	21.1
9	St. 0.01	-149.1	21.2
10	St. 0.01	-148.7	21.3

Para la determinación de exactitud no se tomaron en cuenta la lectura de las réplicas 1 y 8 ya que al usar dichos valores se obtiene una variabilidad en los resultados y para evitar dicha variabilidad estos no se usaran en los cálculos.

**Tabla N°7 Resultados con los que se determinó la exactitud del método del ión selectivo de plomo.**

	Matriz	Cantidad Adicionada (ppm)	Matriz + adición	Cantidad Recuperada (ppm) (y)	(y <sup>2</sup> )	% de Recobro (Y)%
1	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0080	0.0079	6.24 x 10 <sup>-5</sup>	79
2	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0140	0.0139	1.93 x 10 <sup>-4</sup>	139
3	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0075	0.0074	5.47x 10 <sup>-5</sup>	74
4	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0060	0.0059	3.48 x 10 <sup>-5</sup>	59
5	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0080	0.0079	6.24 x 10 <sup>-5</sup>	79
6	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0130	0.0129	1.66 x 10 <sup>-4</sup>	129
7	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0120	0.0119	1.42 x 10 <sup>-4</sup>	119
8	9.32x10 <sup>-5</sup>	0.01	0.0180	0.0179	3.20 x 10 <sup>-4</sup>	179
		$\Sigma = 0.10$		$\Sigma y = 0.0857$	$\Sigma y^2 = 1.03 \times 10^{-3}$	$\Sigma Y = 857$

Para calcular la cantidad recuperada se resto el valor de la matriz al valor de la matriz+ adición.

Ejemplo de como se realizaron los cálculos:

Porcentaje de recobro:

$$\bar{Y}=107.125\%$$

Media aritmética:

$$\bar{y} = \frac{0.0857}{8} = 0.0107$$

Desviación estándar para determinar la exactitud del método del ión selectivo de plomo:

$$S = \sqrt{\frac{8(1.03 \times 10^{-3}) - (0.0107)^2}{56}}$$

$$S = 0.0120.$$

Contraste "t" para determinar la exactitud del método del ión selectivo de plomo.

$$t_{\text{exp}} = \frac{0.0107 - 0.01}{0.0120} \sqrt{8}$$

$$t_{\text{exp}} = 0.165$$

$t_{\text{tab}} = 2.365$  para siete grados de libertad según t student.

Intervalo de confianza de la población para determinar la exactitud del método del ión selectivo de plomo.

El valor de tabla de la distribución t de Student, se determina para un t de 0.975, n-1 grados de libertad, siendo "n" el número de réplicas.

Ejemplo:  $n = 8$  para  $n-1$ , corresponde a  $8-1 = 7$  y para siete grados de libertad el de  $t$  de Student de tabla es de 2.365.

$$IC (\mu) = 0.0107 \pm 2.365 \times \frac{0.0120}{\sqrt{8}}$$

$$IC (\mu) = 0.0207, 6.66 \times 10^{-4}$$

Según los resultados obtenidos en la exactitud del método del ión selectivo de plomo este cumple ya que  $t_{\text{exp}} < t_{\text{tab}}$  ( $0.165 < 2.365$ ) con esto se comprobó que no existe diferencia significativa.

### **5.5 Determinación del rango del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>**

Este parámetro se estableció mediante el valor máximo cuantificable obtenido en la linealidad y el valor mínimo obtenido en el límite de cuantificación. El rango obtenido es de: 0.00849 a 0.5 mg/L.

### **5.6 Determinación de la repetibilidad del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>**

Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.02 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, analista, instrumento y laboratorio.

Para calcular las repetibilidad del método del ión selectivo de plomo se utilizaron solamente seis datos ya que al utilizarse los diez había variabilidad en los resultados obtenidos.

**Tabla N° 8 Resultados de la repetibilidad del método del ión selectivo de plomo.**

N° replicas	Lectura(mV )	Concentracion real (ppm) (y)	(y <sup>2</sup> )
1	-149.1	0.012	1.44 x 10 <sup>-4</sup>
2	-149.1	0.012	1.44 x 10 <sup>-4</sup>
3	-148.1	0.030	9.0 x 10 <sup>-4</sup>
4	-149.6	0.009	8.1 x 10 <sup>-5</sup>
5	-147.9	0.035	1.22 x 10 <sup>-3</sup>
6	-148.3	0.025	6.25 x 10 <sup>-4</sup>
		<b>Σy=0.123</b>	<b>Σy<sup>2</sup>=3.114x10<sup>-3</sup></b>

Ejemplo de los cálculos realizados:

Media aritmética:

$$\tilde{y} = \frac{0.123}{6} = 0.0205$$

Desviación estándar:

$$S = \sqrt{\frac{6(3.114 \times 10^{-3}) - (0.123)^2}{6 \times 5}} = 0.01088$$

Coeficiente de variación para determinar la repetibilidad del método del ión selectivo de plomo:

$$CV = \frac{0.01088}{0.0205} \times 100 = 53.07\%$$

De acuerdo a los resultados obtenidos en la repetibilidad del método del ión selectivo de plomo este no cumple porque el CV obtenido fue de 53.07%.

### 5.7 Determinación de la precisión intermedia del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.01 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, instrumento y laboratorio, variando su realización con dos analistas diferentes.

La estimación de la precisión intermedia del método se determinó con el cálculo de las desviaciones estándar y una prueba de Fischer, para determinar si existe diferencia significativa entre los resultados de los analistas que emplearon el mismo método.

**Tabla N°9 Resultados de la precisión intermedia para el método del ión selectivo de plomo para el analista 1.**

Lectura	Lectura (mV)	Concentración real (ppm) $y_1$	$y_1^2$
1	-167.7	0.022	$4.84 \times 10^{-4}$
2	-164.1	0.029	$8.41 \times 10^{-4}$
3	-163.7	0.030	$9.00 \times 10^{-4}$
4	-164.0	0.034	$1.156 \times 10^{-3}$
5	-163.5	0.031	$9.61 \times 10^{-4}$
6	-161.1	0.038	$1.444 \times 10^{-3}$
7	-161.3	0.035	$1.225 \times 10^{-3}$
8	-164.1	0.029	$8.41 \times 10^{-4}$
9	-158.8	0.045	$2.025 \times 10^{-3}$
10	-161.0	0.037	$1.369 \times 10^{-3}$
		$\sum y_1 = 0.33$	$\sum y_1^2 = 1.1246 \times 10^{-2}$

Ejemplo de la realización de los cálculos:

Media aritmética de la condición 1 para determinar la precisión intermedia del método del ión selectivo de plomo:

$$\bar{y}_1 = \frac{0.033}{10} = 3.3 \times 10^{-3}$$

Desviación estándar de la condición 1 para determinar la precisión intermedia del método del ión selectivo de plomo:

$$S_1 = \sqrt{\frac{10(1.1246 \times 10^{-2}) - (0.33)^2}{10 \times 9}} = 6.28 \times 10^{-3}$$

**Tabla N° 10 Resultados de la precisión intermedia del metodo del ión selectivo de plomo del analista 2.**

Lectura 2	Lectura(mV)	Concentracion real (ppm) $y_2$	$y_2^2$
1	-161.8	0.034	$1.156 \times 10^{-3}$
2	-162.6	0.032	$1.024 \times 10^{-3}$
3	-164.7	0.028	$7.84 \times 10^{-4}$
4	-161.3	0.035	$1.225 \times 10^{-3}$
5	-158.6	0.043	$1.849 \times 10^{-3}$
6	-160.7	0.039	$1.521 \times 10^{-3}$
7	-162.9	0.033	$1.089 \times 10^{-3}$
8	-161.3	0.035	$1.225 \times 10^{-3}$
9	-164.5	0.027	$7.29 \times 10^{-4}$
10	-162.5	0.032	$1.024 \times 10^{-3}$
		$\sum y_2 = 0.338$	$\sum y_2^2 = 1.1626 \times 10^{-2}$

Ejemplo de la realización de los cálculos:

Media aritmética de la condición 2 para determinar la precisión intermedia para el método del ión selectivo de plomo:

$$\bar{y}_2 = \frac{0.338}{10} = 0.0338$$

Desviación estándar de la condición 2 para determinar la precisión intermedia para el método del ión selectivo de plomo:

$$S_2 = \sqrt{\frac{10(1.1626 \times 10^{-2}) - (0.338)^2}{10 \times 9}} = 4.73 \times 10^{-3}$$

Prueba de Fisher para determinar la precisión intermedia del método del ión selectivo de plomo:

$$F_{\text{ex}} = \frac{(6.28 \times 10^{-3})^2}{(4.73 \times 10^{-3})^2} = 1.763 \quad F_{\text{ex}} \geq 1$$

$F_{\text{tab}} = 3.179$  de Fisher para 0.95.

De acuerdo a los resultados obtenidos para la precisión intermedia del método del ión selectivo de plomo Si  $F_{\text{exp}} < F_{\text{tab}}$  no existe diferencia significativa entre la precisión alcanzada por los analistas  $1.763 < 3.179$ .

## 5.8 Determinación del límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

El límite de cuantificación se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ión selectivo.

**Tabla N° 11 Resultados del límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo.**

N° de replicas	Concentración teórica (ppm)	Lectura (mV)	Temperatura (°C)
1	0.0010	-165.0	20.3
2	0.0010	-164.9	20.3
3	0.0005	-169.3	20.6
4	0.0005	-169.5	20.8
5	0.0001	-163.0	21.0
6	0.0001	-157.3	21.0
7	Blanco	-154.9	20.3
8	Blanco	-155.0	20.6
9	Blanco	-154.8	20.8
10	Blanco	-174.1	20.9

No se utilizaron las lecturas de concentración de 0.001 ppm porque las lecturas dan variabilidad en los resultados.

**Tabla N° 12 Resultados con los que se determinó el límite de cuantificación.**

	x	Y	$x^2$	$y^2$	xy	Y(%)
1	0.0010	0.0100	$1.0 \times 10^{-6}$	$1.0 \times 10^{-6}$	$1.0 \times 10^{-6}$	100%
2	0.0010	0.0100	$1.0 \times 10^{-6}$	$1.0 \times 10^{-6}$	$1.0 \times 10^{-6}$	100%
3	0.0005	0.0051	$2.5 \times 10^{-7}$	$2.601 \times 10^{-7}$	$2.55 \times 10^{-7}$	102 %
4	0.0005	0.0050	$2.5 \times 10^{-7}$	$2.5 \times 10^{-7}$	$2.5 \times 10^{-7}$	100%
	<b><math>\sum x = 0.0030</math></b>	<b><math>\sum y = 0.00301</math></b>	<b><math>\sum x^2 = 2.5 \times 10^{-6}</math></b>	<b><math>\sum y^2 = 2.5101 \times 10^{-6}</math></b>	<b><math>\sum xy = 2.505 \times 10^{-6}</math></b>	<b><math>\sum Y = 402</math> <math>\bar{Y} = 100.5\%</math></b>

Ejemplo de los cálculos realizados:

Pendiente para determinar el límite de cuantificación para el método del ión selectivo de plomo:

$$b_1 = \frac{4(2.505 \times 10^{-6}) - (0.003)(0.00301)}{4(2.5 \times 10^{-6}) - (0.003)^2}$$

$$b_1 = 0.99.$$

Pendiente al origen para determinar el límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo:

$$b_0 = \frac{0.00301 - 0.99(0.003)}{4}$$

$$b_0 = 1.0 \times 10^{-5}$$

Coefficiente de determinación para determinar el límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo:

$$r^2 = \frac{\{(4 \times 2.505 \times 10^{-6}) - (0.003 \times 0.00301)\}^2}{\{(4 \times 2.5 \times 10^{-6}) - (0.003)^2\} \{(4 \times 2.5101 \times 10^{-6}) - (0.00301)^2\}}$$

$$r^2 = 0.9998.$$

Intervalo de confianza para la pendiente para determinar el límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo:

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{2.5101 \times 10^{-6} - 0.99(2.505 \times 10^{-6}) - (1.0 \times 10^{-5})(0.00301)}{4-2}}$$

$$S_{y/x} = 5 \times 10^{-6}$$

$$S_{b_1} = 5 \times 10^{-6} \sqrt{\frac{1}{2.5 \times 10^{-6} - \frac{(0.003)^2}{4}}}$$

$$S_{b_1} = 0.01$$

$$IC(b_1) = 0.99 \pm (2.776) \cdot (0.01)$$

$$IC(b_1) = 1.018, 0.9622$$

**Tabla N°13 Resultados de los blancos para la determinación del límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo.**

	Blanco Lectura (mV)	y (ppm)	y <sup>2</sup>
1	-154.9	8.51 x 10 <sup>-5</sup>	7.24 x 10 <sup>-9</sup>
2	-155.0	7.77 x 10 <sup>-5</sup>	6.04 x 10 <sup>-9</sup>
3	-154.8	9.32 x 10 <sup>-5</sup>	8.69 x 10 <sup>-9</sup>
4	-174.1	5.71 x 10 <sup>-4</sup>	3.26 x 10 <sup>-7</sup>
		$\Sigma y = 8.27 \times 10^{-4}$	$\Sigma y^2 = 3.4797 \times 10^{-7}$

Desviación estándar de los blancos para determinar el límite de cuantificación del método del ión selectivo de plomo:

$$S_b = \sqrt{\frac{4(3.4797 \times 10^{-7}) - (8.27 \times 10^{-4})^2}{4 - (4 - 1)}}$$

$$S_b = 8.414 \times 10^{-4}$$

$$LC = \frac{10 \times 8.414 \times 10^{-4}}{0.99}$$

$$LC = 0.00849.$$

De acuerdo a los resultados obtenidos para el límite de cuantificación este cumple porque el  $r^2 = 0.9998$  y el intervalo de confianza para la pendiente  $IC(\beta_1)$  es de 1.018, 0.9622.

### 5.9 Determinación del límite de detección del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

El límite de detección se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ión selectivo.

Se utilizaron los mismos resultados del límite de cuantificación y se calculó matemáticamente el límite de detección.

$$LD = \frac{3 \times Sb}{b_1} = \frac{3 \times 8.414 \times 10^{-4}}{0.99}$$

$$LD = 0.00255.$$

De acuerdo a los resultados obtenidos para el límite de detección este cumple porque el  $r^2=0.9998$  y el intervalo de confianza para la pendiente  $IC(\beta_1)$  es de 1.018, 0.9622.

### 5.10 Determinación de la robustez del método del ión selectivo de plomo.<sup>(7)</sup>

Se establecieron los factores propios del método los cuales se consideran críticos, estos fueron: temperatura (baja, normal y alta) y humedad. La temperatura baja se trabajó a 19.4°C y humedad de 50%, la temperatura normal fue de 22.5°C y humedad de 48%, la temperatura alta de 25.8°C y 45% de humedad; la evaluación de este parámetro se realizó con dos repeticiones de una solución estándar de plomo con concentración de 0.01 mg/mL para cada temperatura y humedad especificados.

**Tabla N° 14 Resultados de la robustez del método del ión selectivo de plomo.**

Temperatura baja: 19.4 °C Humedad relativa: 50%			Temperatura ambiente: 22.5°C Humedad relativa: 48%			Temperatura alta: 25.8 °C Humedad relativa: 45%		
Lectura (mV)	[ ] teorica ppm	[ ] real ppm	Lectura (mV)	[ ] teorica ppm	[ ] real ppm	Lectura (mV)	[ ] teorica ppm	[ ] real ppm
-194.0	0.01	0.0050	-149.1	0.01	0.013	-187.4	0.01	$3.22 \times 10^{-3}$
-196.4	0.01	$4.60 \times 10^{-4}$	-149.6	0.01	0.009	-190.2	0.01	$2.36 \times 10^{-3}$
		$\Sigma y_i = 5.46 \times 10^{-3}$			$\Sigma y_o = 0.022$			$\Sigma y_{ii} = 5.58 \times 10^{-3}$

Ejemplo de los cálculos:

Media aritmética para temperatura ambiente.

$$\widetilde{y}_o = \frac{0.022}{2} = 0.011$$

Media aritmética para temperatura baja

$$\widetilde{y}_i = \frac{5.46 \times 10^{-3}}{2} = 2.73 \times 10^{-3}$$

Media aritmética para temperatura alta

$$\widetilde{y}_{ii} = \frac{5.58 \times 10^{-3}}{2} = 2.79 \times 10^{-3}$$

Diferencia absoluta de la media aritmética de cada condición respecto a la media aritmética de la condición normal.

$$d_1 = |y_o - y_i| = |0.011 - (2.73 \times 10^{-3})| = 8.27 \times 10^{-3} \leq 3\%$$

$$d_2 = |y_o - y_{ii}| = |0.011 - (2.79 \times 10^{-3})| = 8.21 \times 10^{-3} \leq 3\%$$

El valor de la diferencia absoluta de la media aritmética de cada condición respecto a la normal no es mayor de un 3%, y los valores no reflejan variación a diferentes condiciones.

### 5.11 RESULTADOS DE LAS MUESTRAS DE AGUA POTABLE RECOLECTADAS EN LA COLONIA JARDINES DE GUADALUPE.

Se procedió a la recolección de las 53 muestras de agua potable en la colonia Jardines de Guadalupe, habiéndose realizado la evaluación de los parámetros de desempeño y posteriormente se analizaron por el método del ión selectivo de plomo y se obtuvieron los siguientes resultados.

**CUADRO N° 2 RESULTADOS DE LAS MUESTRAS DE AGUA POTABLE  
DE LA COLONIA JARDINES DE GUADALUPE.**

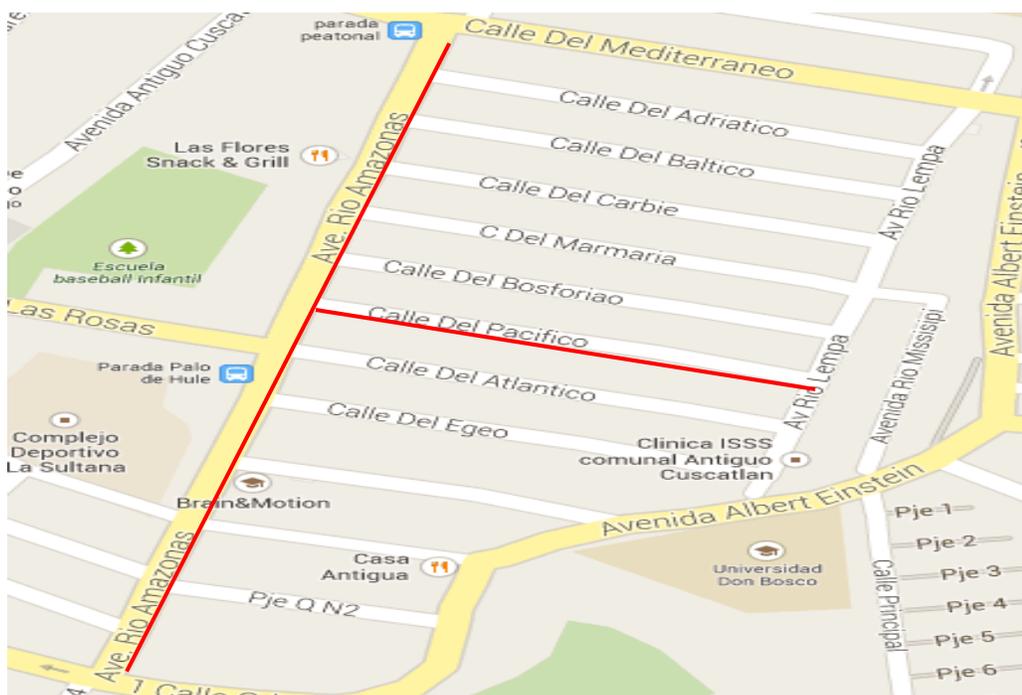
Mx.	Nombre de pasaje y Numero de la casa	Lectura (mV)	Concentración (mg/L)	Temperatura (°C)
1	Pasaje Pacifico 6	-168.8	0.030	21.6
2	" 7	-168.2	0.039	21.8
3	" 8	-166.4	0.085	22.0
4	" 11	-165.8	0.120	22.0
5	" 12	-163.4	0.660	22.0
6	" 13	-167.2	0.049	22.0
7	" 14	-164.7	0.390	21.9
8	" 15	-166.7	0.072	21.9
9	" 20	-165.4	0.180	22.8
10	" 27	-167.3	0.052	22.8
11	" 28	-177.1	0.200	21.5
12	" 31	-176.8	0.280	21.6
13	" 33	-176.9	0.250	21.6
14	" 34	-176.4	0.450	21.6
15	" 36	-176.9	0.250	21.6
16	" 37	-176.6	0.430	21.6
17	" 38	-176.5	0.500	21.7
18	" 39	-177.4	0.210	21.7
19	" 42	-178.0	0.190	21.8
20	" 43	-178.4	0.140	22.4
21	" 45	-178.2	0.150	22.4
22	Av. Río Amazona 1	-177.8	0.220	22.4
23	" N-1	-178.3	0.140	22.4

Continuación cuadro N°2					
24	"	1-H	-178.6	0.100	22.4
25	"	N-2	-176.4	0.610	22.4
26	"	2	-177.3	0.350	22.6
27	"	3	-177.2	0.390	22.7
28	"	4	-177.2	0.390	22.8
29	"	5	-177.9	0.200	22.9
30	"	8	-176.3	0.660	23.1
31	"	12-P	-176.5	0.550	23.1
32	"	C	-178.6	0.100	23.0
33	"	6	-176.3	0.660	23.1
34	"	7A	-178.4	0.140	23.1
35	"	9	-177.6	0.390	23.1
36	"	10	-177.9	0.200	23.1
37	Av. Rio Amazona J-14		-192.4	0.016	23.6
38	"	11	-190.5	0.120	19.6
39	"	12	-190.8	0.080	19.6
40	"	13	-191.1	0.040	19.5
41	"	13-P	-190.8	0.080	19.5
42	"	14-P	-190.7	0.090	19.5
43	"	14-B	-189.6	0.220	19.5
44	"	14-C	-188.8	0.200	19.5
45	"	14-D	-190.6	0.100	19.5
46	"	17-M	-190.3	0.140	19.4
47	"	17-P	-189.2	0.300	19.4
48	"	27-E	-189.2	0.300	19.2
49	"	27-P	-190.6	0.100	19.2
50	"	1-J	-190.5	0.110	19.3
51	"	2-Q	-188.9	0.380	19.3
52	"	2-H	-189.9	0.190	19.3
53	"	N-3	-190.0	0.180	19.3
Σ				12.483	

$$\bar{X} = \frac{12.483}{53} = 0.2355 \text{ mg/L}$$

Las lecturas en milivoltios varia ya que las muestras no se analizaron todas el mismo día, para cada día de trabajo se empleo una curva de calibración diferente.

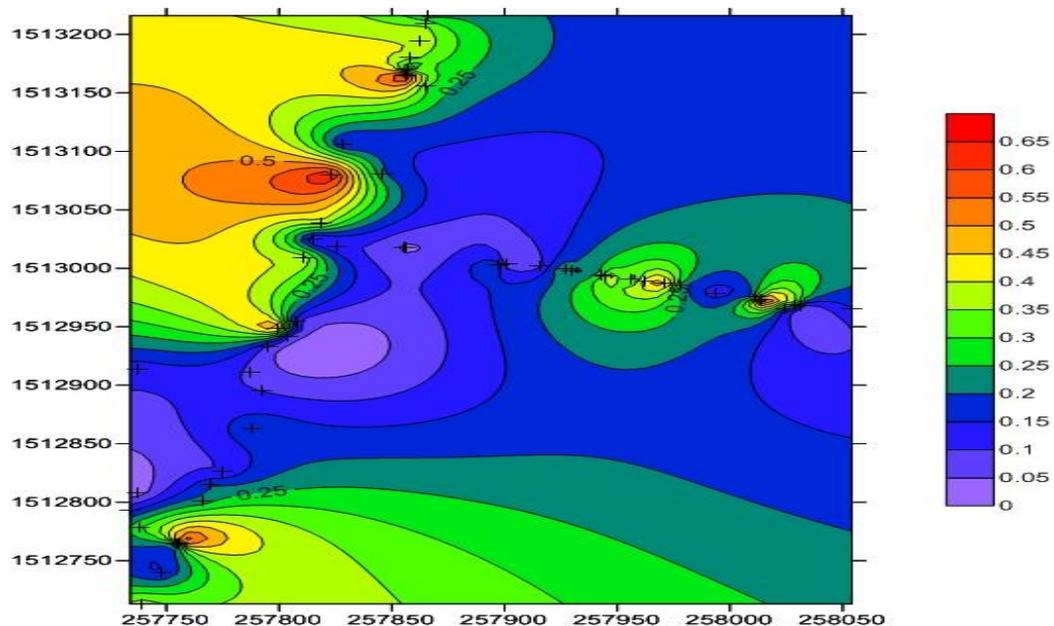
La siguiente Figura N° 2 indica las zonas analizadas que fueron avenida Rio Amazonas y Calle del Pacifico que están trazadas en líneas rojas.



**Figura N° 2 Ubicación de la colonia Jardines de Guadalupe. Las flechas indican las calles Av. Rio Amazonas y calle El Pacifico.**

En la figura N° 3 se indican las zonas con mas prevalencia de plomo en las calles muestreadas. Los colores rojos indican que se observaron valores mayores de 0.60mg/L en 3 puntos en la figura. Como se puede observar en las dos lineas, se detectan otros valores anómalos entre 0.4 y 0.5 mg/L aunque como se expresó anteriormente, todos los datos de las muestras analizadas fueron mayores de 0.01mg/L que es el valor maximo permisible establecido por la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización).

No se puede explicar con certeza la causa de esta contaminación de plomo en dicha zona, pero se puede inferir que los resultados son la sumatoria de dos posibles causas. Una de las causas es que esta zona está influenciada por la cercanía de una zona industrializada llamada El Plan de la Laguna que corresponden a valores anómalos que se pueden deber a desechos químicos provenientes de estas industrias. En cuanto a los puntos más elevados se infiere que se debe a que algunas casas de esta zona poseen las mismas tuberías desde que se construyeron alrededor de 45 años y de esta manera el plomo puede entrar al agua potable a través de la corrosión de los materiales de plomería especialmente cuando el agua tiene elevada acidez o bajo contenido de minerales; así mismo si el agua potable de la zona es caliente puede darse un desgaste del metal por reacción química entre el agua y la tubería cediendo cantidades significativas de plomo al agua potable.



**Figura N°3 Zonas con mas prevalencia de plomo en las calles muestreadas**

**CUADRO N°3 RESUMEN DE RESULTADOS DE LOS PARÁMETROS DE DESEMPEÑO PARA EL MÉTODO DEL IÓN SELECTIVO.**

Parámetros Evaluados	Criterio de Aceptación	Resultado	Dictamen
Especificidad (Selectividad)	La respuesta del método debe de ser únicamente debida al analito.	Se hace inestable cuando contiene Hierro mayor de 0.01 mg/L.	Conforme
Exactitud	$t_{exp} < t_{tab}$	0.165 < 2.365	Conforme
	$\bar{y}$ : debe incluirse dentro del intervalo.	IC ( $\mu$ ) = 0.0207, 6.66 x 10 <sup>-4</sup> $\bar{y}$ = 0.0107	
Precisión (Repetibilidad)	CV: ≤ 11% para soluciones menores a 1ppm.	CV = 53.07%	No Conforme
Precisión Intermedia	$F_{exp} < F_{tab}$	$F_{exp} = 1.763$ $F_{tab} = 3.179$	Conforme
Límite de Cuantificación	$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.9998$	Conforme
	El IC( $\beta_1$ ), no debe incluir el cero	IC ( $\beta_1$ ) = 1.018, 0.9622	
Límite de Detección	$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.9998$	Conforme
	El IC( $\beta_1$ ), no debe incluir el cero	IC ( $\beta_1$ ) = 1.018, 0.9622	
Linealidad de Método	$r^2$ a reportar	$r^2 = 1$	Conforme
	IC( $\beta_1$ ), el valor de pendiente debe incluir la unidad.	IC ( $\beta_1$ ) = 1.209; 0.7572	
	IC( $\beta_0$ ), el valor de la ordenada debe incluir el cero.	IC ( $\beta_0$ ) = 0.00270; -0.00219	
	El CV <sub>y/x</sub> , no mayor de 3% si es químico o espectrofotométrico.	CV <sub>y/x</sub> = 3.966 x 10 <sup>-4</sup>	
Linealidad de Sistema	$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.9829$	Conforme
	(IC( $\beta_1$ )) no debe incluir al cero.	IC ( $\beta_1$ ) = 0.9786; 0.5962	
Rango (Intervalo)	Debe incluir la concentración inferior y superior del analito, con adecuada precisión, exactitud y linealidad.	0.00849 mg/L a 0.500 mg/L de plomo	Conforme
Robustez	$ di  \leq 3\%$ para métodos químicos o espectrofotométricos.	$d_1 = 8.27 \times 10^{-3}$ $d_2 = 8.21 \times 10^{-3}$	Conforme

## CUADRO N°4 INFORME DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO PARA METODO IÓN SELECTIVO.

TITULO: Informe para determinar parámetros de desempeño en el método ion selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
<b>Estándar</b>			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
<b>Equipos</b>			
Nombre	Nombre	Fecha de calibración	
pH metro Metler	TOLEDO 355	02/04/2013	
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	¼
<b>OBJETIVO</b>			
Demostrar que el método ion selectivo es un método confiable para cuantificar los niveles de plomo en agua potable y cumple con los requerimientos de: selectividad, exactitud, repetitibilidad, precisión intermedia, límite de cuantificación, límite de detección, linealidad de método, linealidad de sistema, rango, robustez.			
<b>ALCANCE</b>			
Método de análisis que se utiliza para cuantificar plomo en agua potable en concentración mayor de 0.005 ppm hasta 5 ppm utilizando el electrodo de plomo.			
<b>MATERIALES</b>			
Agitador			
Balón volumétrico 25.0 mL, 50.0 mL ,100 mL.			
Beakers 50.0 mL y 100 mL.			
Bureta volumétrica 10.0 mL y 25.0 mL.			
Pipeta volumétrica 15.0 mL			
<b>REACTIVOS</b>			
Ácido nítrico			
Agua destilada			
Agua de chorro			
Estándar de plomo			
Solución metanol-formaldehido			
Solución ISA ( perclorato de sodio 5M)			
<b>PARAMETRO DE DESEMPEÑO</b>			
Para validar el método se estudiaron el siguiente parámetro:			
<b>ESPECIFICIDAD (SELECTIVIDAD)</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
<b>Resultados</b>			
Se hace inestable cuando contiene Hierro mayor de 0.01 mg/L.			
<b>Parámetro</b>	<b>Criterio de Aceptación</b>		
Especificidad (Selectividad)	La respuesta del método debe de ser únicamente debida al analito.		
<b>Conformidad</b>			
Conforme			

Cuadro N°4 Continuación.			
TITULO: Informe para determinar parámetros de desempeño en el método ion selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	2/4
<b>EXACTITUD</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$t_{exp}=0.165$	$\bar{y} = 0.0107$	$IC (\mu) = 0.0207, 6.66 \times 10^{-4}$	
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Exactitud		Si $t_{exp} < t_{tab}$ no existe diferencia significativa entre las medias obtenidas por las dos condiciones.	
Conformidad			
Conforme			
<b>PRECISIÓN (REPETIBILIDAD)</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
CV =53.07%			
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Precisión (Repetibilidad)		Coeficiente de Variación (CV)≤11%.	
Conformidad			
No Conforme			
<b>PRECISIÓN INTERMEDIA</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$F_{exp} = 1.763$		$F_{tab} = 3.179$	
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Precisión Intermedia		Si $F_{exp} < F_{tab}$ no existe diferencia significativa entre la precisión alcanzada por los analistas.	
Conformidad			
Conforme			

Cuadro N°4 Continuación.			
TITULO: Informe para determinar parámetros de desempeño en el método ion selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	3/4
<b>LIMITE DE CUANTIFICACIÓN</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$r^2 = 0.9998$	IC ( $\beta_1$ ) = 1.018, 0.9622		LC = 0.00849
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Límite de Cuantificación		$r^2 \geq 0.98$ El IC( $\beta_1$ ), no debe incluir el cero	
Conformidad			
Conforme			
<b>LIMITE DE DETECCIÓN</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$r^2 = 0.9998$	IC ( $\beta_1$ ) = 1.018, 0.9622		LD = 0.00255
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Límite de Detección		$r^2 \geq 0.98$ El IC( $\beta_1$ ), no debe incluir el cero	
Conformidad			
Conforme			
<b>LINEALIDAD DE MÉTODO</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$r^2 = 1$	IC ( $\beta_1$ ) = 1.209; 0.7562	IC ( $\beta_0$ ) = 0.00270; -0.00219	CV <sub>y/x</sub> = 3.966 x 10 <sup>-4</sup>
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Linealidad de Método		Cantidad adicionada vs cantidad recuperada: Coeficiente de determinación $r^2 \geq 0.98$ El valor de la pendiente IC( $\beta_1$ ), debe incluir la unidad. El valor de la ordenada IC( $\beta_0$ ), debe incluir el cero. El CV <sub>y/x</sub> , no mayor de 3% si es químico o espectrofotométrico.	
Conformidad			
Conforme			

Cuadro N°4 Continuación.			
TITULO: Informe para determinar parámetros de desempeño en el método ion selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	4/4
<b>LINEALIDAD DE SISTEMA</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$r^2 = 0.9829$	IC ( $\beta_1$ ) = 0.9786, 0.5962	IC ( $\beta_0$ ) = 0.05669; -0.03069	CV <sub>y/x</sub> = 0.02518
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Linealidad de sistema		Coeficiente de determinación ( $r^2$ ) $\geq 0.98$ Intervalo de Confianza (IC( $\beta_1$ )) no debe incluir al cero.	
Conformidad			
Conforme			
<b>RANGO (INTERVALO)</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
0.00849 mg/L a 0.500 mg/L de plomo			
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Rango (Intervalo)		Debe incluir la concentración inferior y superior del analito, con adecuada precisión, exactitud y linealidad.	
Conformidad			
Conforme			
<b>ROBUSTEZ</b>			
<b>RESULTADOS</b>			
Resultados			
$d_1 = 8.27 \times 10^{-3}$		$d_2 = 8.21 \times 10^{-3}$	
Parámetro		Criterio de Aceptación	
Robustez		$ d_i  \leq 3\%$ para métodos químicos o espectrofotométricos.	
Conformidad			
Conforme			

**CAPITULO VI**  
**CONCLUSIONES**

## 6.0 CONCLUSIONES

1. Los resultados obtenidos de los parámetros de desempeño del Método de Ión Selectivo para la cuantificación de plomo en agua potable, demuestran ser: exactos, precisos y lineales; en un rango de concentraciones en partes por millón que comprende 0.00849- 0.500 mg/L. Lo que contribuye a una mayor credibilidad en los resultados de los análisis que se realizaron.
2. En la determinación de la exactitud el contraste “t” demostró que no existe diferencia significativa entre los resultados obtenidos; en la determinación de la precisión (repetibilidad) se obtuvo un CV de 53.07% el cual es debido a la poca sensibilidad del equipo. Para la precisión intermedia la prueba de Fisher demostró que no existe diferencia significativa entre los resultados de los analistas que emplearon el mismo método.
3. El límite de cuantificación y el límite de detección demuestran que el método posee un límite cuantificable de 0.00849mg/L, un límite de detección de 0.00255 mg/L, coeficiente de determinación mayor de 0.98 y el intervalo de confianza para la pendiente IC ( $\beta_1$ ) no incluye el cero, con lo que se da cumplimiento a los criterios de aceptación para dichos parámetros.
4. La determinación de la linealidad del sistema produjo resultados aceptables como un coeficiente de determinación mayor de 0.98, lo que demuestra una correlación entre la concentración del analito y la respuesta analítica. La determinación de la linealidad del método produjo resultados aceptables con un coeficiente de determinación de 1, además de un coeficiente de variación de regresión menor de un 3%, demostrando el cumplimiento de dicho parámetro de desempeño.

5. El parámetro de la robustez aplicado al método en estudio, demostró en sus resultados que la diferencia absoluta de la media poblacional, para dicho método se mantiene estable ante variaciones de humedad y temperatura en el Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador.
6. El parámetro de la selectividad demostró que una concentración de hierro mayor o igual al plomo presente en una muestra de agua potable produce interferencia dando como resultados lecturas no confiables, si esto sucede se debe ajustar el pH a 4 de la muestra anteriormente con hidróxido de sodio.
7. Los valores de concentración de plomo obtenidos en cada una de las muestras de agua potable recolectadas en la zona delimitada de avenida Río Amazona y calle del Pacífico de la colonia Jardines de Guadalupe fueron mayores que el valor máximo establecido por la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) que es de 0.01mg/L.
8. Al analizar las muestras de agua potable recolectadas en la zona delimitada de avenida Río Amazona y calle del Pacífico de la colonia Jardines de Guadalupe, se obtuvieron valores con un rango de 0.03 hasta 0.66 mg/L y su valor promedio fue de 0.2355 mg/L, demuestran que el agua potable de la zona no está apta para el consumo humano según la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) que es de 0.01mg/L.
9. Las posibles causas deducibles de la contaminación con el plomo en la zona analizada está influenciada no solo por la zona industrializada existente en El Plan de la Laguna sino que también por el uso de las cañerías en las casas muy antiguas ya que el plomo puede entrar al agua

potable a través de la corrosión de los materiales de plomería especialmente cuando el agua tiene elevada acidez o bajo contenido de minerales; así mismo si el agua potable de la zona es caliente, puede darse un desgaste del metal por reacción química entre el agua y la tubería cediendo cantidades significativas de plomo al agua potable.

**CAPITULO VII**  
**RECOMENDACIONES**

## 7.0 RECOMENDACIONES.

1. Al Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, que cuando se realiza mantenimiento al electrodo selectivo de plomo se debe cumplir con lo que establece el manual del proveedor.
2. Que el Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, elabore una curva de calibración cada día de trabajo con el electrodo de plomo ya que las condiciones presentan variación de un día para otro.
3. Que el Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, deje estabilizar el electrodo selectivo de plomo en solución estándar de plomo de 0.01 ppm, solución ISA y solución metanol-formaldehído cuando las condiciones de trabajo varían y se presentan lecturas no confiables.
4. Al Laboratorio Físicoquímico de Aguas de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, realizar antes del análisis de plomo el análisis de hierro total cuando se analicen muestras de agua potable, ya que el hierro causa interferencia a concentraciones mayores que el plomo. Si esto sucede se debe ajustar el pH a 4 de la muestra anteriormente con hidróxido de sodio.
5. El electrodo selectivo de plomo debe permanecer siempre conectado para evitar una desconfiguración del ensayo.

6. Al Ministerio de Salud y Ministerio de Medio Ambiente que realicen investigaciones sobre la posible causa de la contaminación con plomo de la zona seleccionada ya que esta puede ser debida a la corrosión de los materiales de plomería especialmente cuando el agua tiene elevada acidez o bajo contenido de minerales; así mismo si el agua potable de la zona es caliente, puede darse un desgaste del metal por reacción química entre el agua y la tubería cediendo cantidades significativas de plomo al agua potable o por contaminación causada por desechos químicos de la zona industrializada aledaña a la colonia.
7. Al Ministerio de Salud, que realice estudios sobre la relación que existe entre la contaminación de plomo y las enfermedades de afecciones renales que aumentan en el país.
8. A las directiva de la colonia Jardines de Guadalupe deben gestionar ante las autoridades competentes, como el Ministerio de Salud y ANDA (Asociación Nacional de Acueductos y Alcantarillados) que proporcione el monitoreo del agua potable que se distribuye en dicha colonia para que se le dé un tratamiento adecuado y esta pueda cumplir con el límite máximo permitido de plomo de la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) que es de 0.01m/L.
9. Realizar la validación del método del ión selectivo de plomo para el aseguramiento de los resultados y así la documentación generada pueda aplicarse a investigaciones futuras.
10. Que la Junta Directiva de la colonia Jardines de Guadalupe monitoree el agua potable en el municipio de Antigua Cuscatlán para confirmar los

resultados anteriores, verificar su calidad y clarificar las causas de los valores anómalos de plomo.

## **BIBLIOGRAFIA**

## **BIBLIOGRAFIA:**

1. Alarcón Estrada BA. 2012, ``Determinación de la concentración de fluoruro por medio del método del ion selectivo en agua potable que se distribuye en el cantón Ojo de Agua del municipio de Huizucar departamento de La Libertad.`` Trabajo de graduación para optar al título de Licenciatura de Química y Farmacia. San Salvador, El Salvador. Facultad de Química y Farmacia, Universidad de el Salvador.
2. APHA –AWWA-WEF, 2012 “Métodos normalizados para el análisis de agua potable”; 22nd edición, Washington, DC, pág. 3-80, 3-81 y 3-82.
3. Araujo Chevez CI. 2010, ``Cuantificación de plomo, mercurio y cadmio en agua de consumo humano de cinco comunidades de El Salvador por espectrofotometría de absorción atómica``. Trabajo de graduación para optar al título de Licenciatura de Química y Farmacia. San Salvador, El Salvador. Facultad de Química y Farmacia, Universidad de el Salvador.
4. CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología), Guía de Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos, elaborado y revisado por Gilma Molina, aprobado por Ing. Evelin de Venegas, fecha de emisión 28/05/2010, fecha de aprobación 23/11/2010.
5. CONACYT (Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología), Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.01:08 Agua, Agua Potable (segunda actualización) Publicada en el Diario Oficial el 12 de Junio de 2009, tomo 383 Numero 109.
6. García Menéndez DV. 2011, ``Validación del método espectrofotométrico (3500 nm) de la fenantrolina para determinación de hierro total en agua potable.`` Trabajo de graduación para optar al título de Licenciatura de

Química y Farmacia. San Salvador, El Salvador. Facultad de Química y Farmacia, Universidad de el Salvador. Pág. 23.

7. Manual de uso de lead ISE, Thermo Fisher Scientific Inc. 2008.
8. Ortega Aguirre L. y Otros. Validación de Métodos Analíticos.2001 Barcelona España. Páginas 33-36, 46-47, 54-58, 68-70,75-77 y 85.  
En: [es.scribd.com/doc/47159911/validación\\_Metodos\\_Analitico\\_AEFI](http://es.scribd.com/doc/47159911/validación_Metodos_Analitico_AEFI).
9. Salomón Hernández J.A, “Determinación de Contaminantes Tóxicos (Al, As y Pb) en el Agua Potable Comercializada en Bolsa Plástica en el área metropolitana” pág. 31, Anexo No. 17.
10. Tratamiento de muestra para una investigación de mercadeo, Facultad de Ingeniería\_Universidad Rafael Landívar, Boletín electrónico N° 2. Por la Ing. Mariela Torres, Inga. Karin Paz.
11. [http://www.mercantillab.com.pe/Expomercantil\\_2010/ISE\\_Technical\\_Training\\_Presentation\\_Spanish\\_2010.ppt](http://www.mercantillab.com.pe/Expomercantil_2010/ISE_Technical_Training_Presentation_Spanish_2010.ppt) (18/04/2013)
12. [www.oocities.org/edrochac/sanitaria/parámetros1.pdf](http://www.oocities.org/edrochac/sanitaria/parámetros1.pdf).(21/04/2013)
13. [www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/23Plomo.pdf](http://www.quimica.unam.mx/IMG/pdf/23Plomo.pdf) (21/04/2013)
14. [www.epa.gov/lead/learn\\_about\\_lead#effects](http://www.epa.gov/lead/learn_about_lead#effects).(25/04/2013)
15. [www.scielo.org.pe/pdf/atm/v69n2a11v69n2.pdf](http://www.scielo.org.pe/pdf/atm/v69n2a11v69n2.pdf) (26/04/2013).

16. [http://catarina.udlap.mx/u\\_dl\\_a/tales/documentos/lqu/romero\\_z\\_mf/capitulo2.pdf](http://catarina.udlap.mx/u_dl_a/tales/documentos/lqu/romero_z_mf/capitulo2.pdf). (28/04/2013)
17. <http://www.ambiental.net/publicaciones/MatosContaminacionPlomo.pdf>. (28/04/2013)
18. <http://www.congresos.unlp.edu.ar/index.php/CCMA/7CCMA/paper/view/1133/309>.(30/04/2013)
19. <http://webquery.ujmd.edu.sv/siab/bvirtual/BIBLIOTECA%20VIRTUAL/TESIS/04/AGI/ADSE0000877.pdf>.(02/05/2013)
20. [http://www.cdc.gov/nceh/ehs/Docs/Informe\\_CDC\\_La\\_Oroya\\_Espa%C3%B1ol.pdf](http://www.cdc.gov/nceh/ehs/Docs/Informe_CDC_La_Oroya_Espa%C3%B1ol.pdf) ( 16/07/2013)
21. [http://www.unodc.org/documents/scientific/Validation\\_Manual\\_STNAR41\\_Ebook\\_S.pdf](http://www.unodc.org/documents/scientific/Validation_Manual_STNAR41_Ebook_S.pdf) (05/09/2013)

## **GLOSARIO.** (1),(4),(6),(8),(14),(21)

**Analito:** Componente específico de una muestra, a medir un análisis.

**Blanco:** Puede ser un blanco de reactivo o un blanco muestra problema que contenga todos los ingredientes de la muestra excepto los analitos.

**Coefficiente de variación:** Es la desviación estándar expresada en función de la media. Normalmente se expresa en porcentaje.

**Desviación estándar:** Estadístico básico indicativo de la dispersión o variabilidad de los resultados.

**Desviación estándar relativa:** También llamada coeficiente de variación, es una medida de dispersión relativa que se obtiene dividiendo la desviación estándar entre la media aritmética de un conjunto de datos.

**Efecto de matriz:** Alteración o interferencia directa o indirecta en la respuesta de un instrumento, como un espectrómetro LC-MS/MS, debido a la presencia de analitos no buscados en el análisis o de otras sustancias interferentes en las muestras.

**Especificidad:** Es la capacidad de un método analítico para medir o cuantificar simultáneamente o separadamente los analitos de interés de forma inequívoca, en presencia de otras sustancias químicas que pueden estar presentes en la muestra.

**Exactitud:** Concordancia entre un valor obtenido empleando el método y valor de referencia.

**Límite de cuantificación:** Concentración mínima del analito que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptada, bajo las condiciones de operación establecidas.

**Límite de detección:** Concentración mínima del analito en una muestra, que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificada, bajo las condiciones de operación establecidas.

**Linealidad del método:** Capacidad del método para proporcionar resultados directamente o por medio de transformaciones matemáticas definidas, proporcionales a las concentraciones de analito en la muestra dentro de un rango establecido.

**Método analítico:** Descripción de la secuencia de actividades, recursos materiales y parámetros que se deben cumplir, para llevar a cabo el análisis de un componente específico de la muestra.

**Muestra:** Parte representativa de la materia muestra del análisis.

**Parámetros de desempeño:** Parámetro específico a estudiar en un protocolo de validación.

**Precisión:** Capacidad de un método para proporcionar resultados próximos entre sí. Grado de dispersión de los resultados analíticos respecto a su valor medio.

**Precisión intermedia:** Determina la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra, en un mismo laboratorio, pero en condiciones operativas diferentes.

**Potenciometria:** Es la medida del potencial de una celda galvánica.

**Protocolo de validación:** Descripción de pruebas específicas para demostrar que un proceso da resultados que cumplen con los criterios preestablecidos de manera consistente.

**Rango:** Concentraciones incluidas entre la concentración superior e inferiores del analito (incluyendo estas), para las cuales se ha demostrado que el método es preciso, exacto y lineal.

**Repetibilidad:** Evalúa la precisión del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas (aparatos, reactivos, analista) en un mismo laboratorio y en un mismo periodo de tiempo corto.

**Robustez:** Capacidad del método analítico para mantener su desempeño al presentarse variaciones pequeñas pero deliberadas, en los parámetros de desempeño del método.

**Validación:** Establecimiento de la evidencia documental que un procedimiento analítico conducirá con un alto grado de seguridad a la obtención de resultados precisos y exactos dentro de las especificaciones y atributos de calidad previamente establecidos.

**ANEXOS.**

**ANEXO N°1**  
**PLANTAS DE BOMBEO DE ANTIGUO CUSCATLÁN Y UBICACIÓN DE**  
**LA COLONIA JARDINES DE GUADALUPE.**

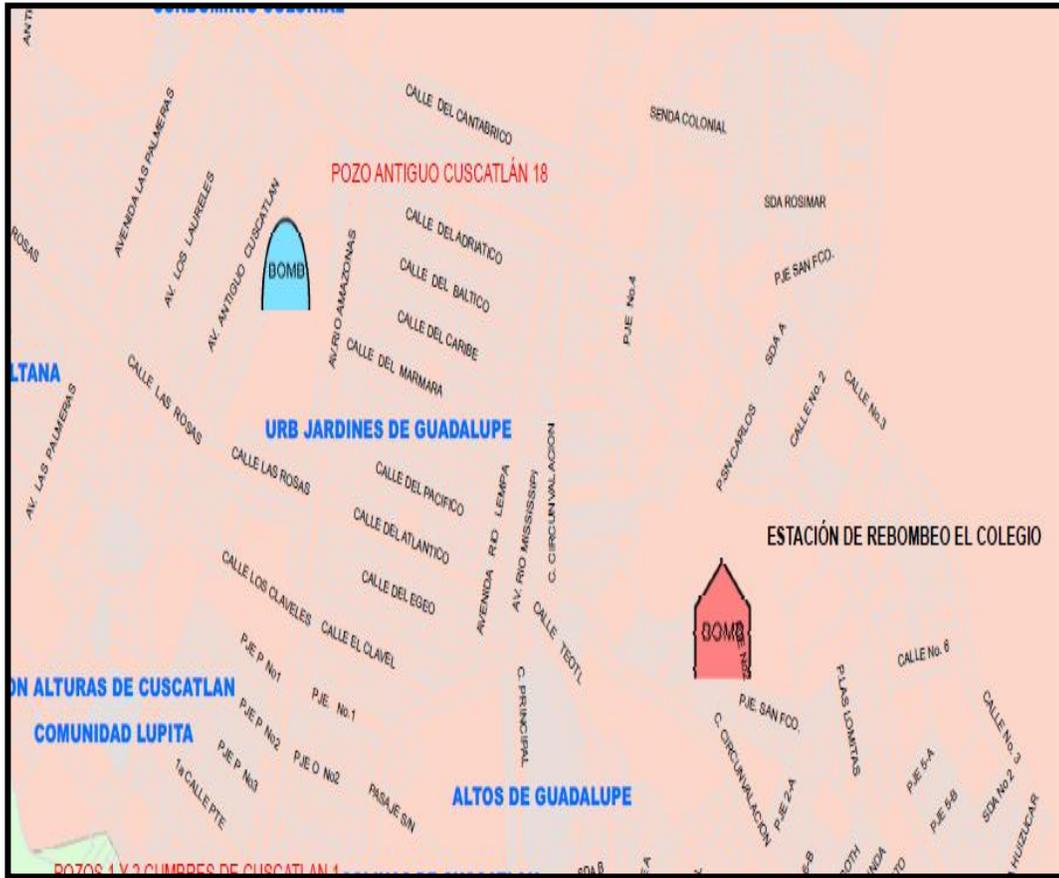


Figura N°4 Plantas de bombeo de colonia Jardines de Guadalupe

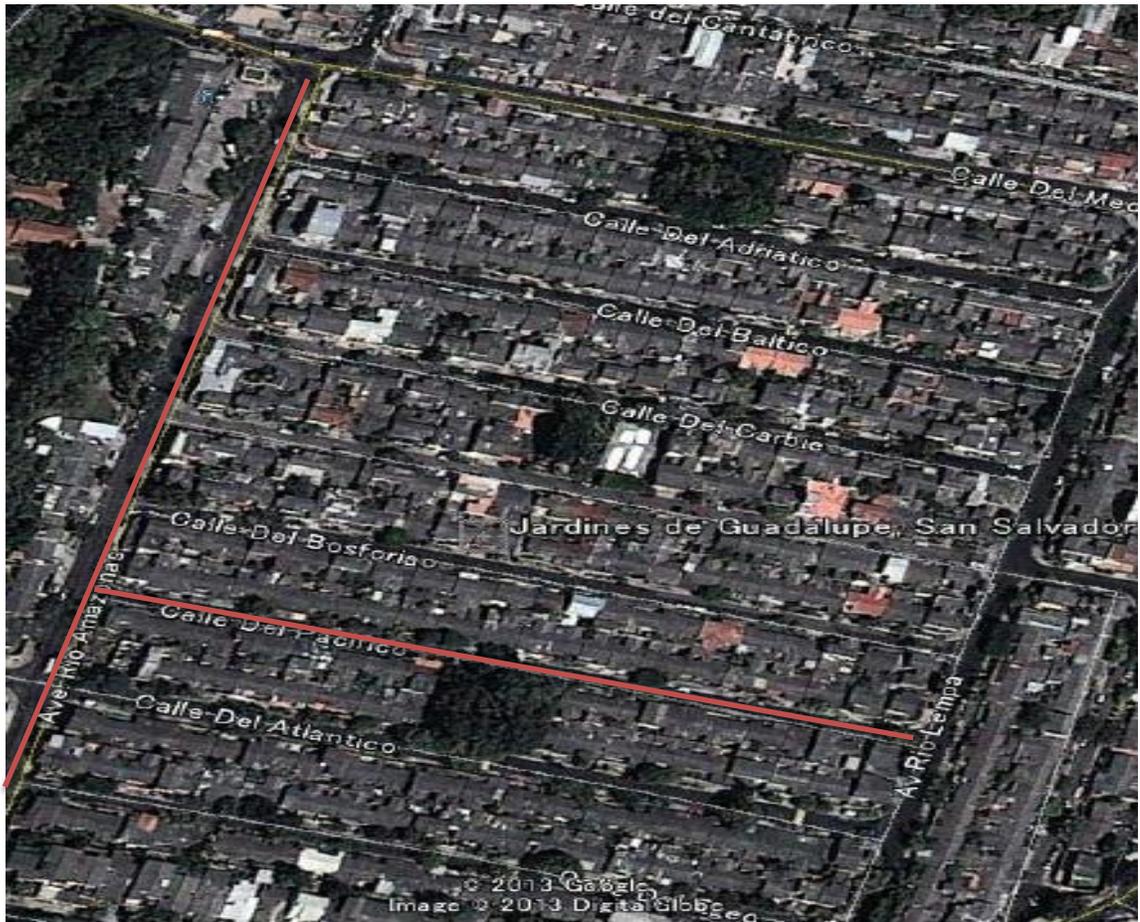


Figura N° 5 Ubicación de la Colonia Jardines de Guadalupe. Las líneas indican donde están ubicada la Avenida Rio Amazonas y Calle del Pacifico.

**ANEXO N°2**  
**MÉTODO NORMALIZADO PARA PLOMO SEGÚN EL APHA.<sup>(2)</sup>**

lecting and treating samples.

A synthetic sample containing 300  $\mu\text{g Fe/L}$ , 500  $\mu\text{g Al/L}$ , 50  $\mu\text{g Cd/L}$ , 110  $\mu\text{g Cr/L}$ , 470  $\mu\text{g Cu/L}$ , 70  $\mu\text{g Pb/L}$ , 120  $\mu\text{g Mn/L}$ ,

in water and fluvial sediment. Chapter A1 in Book 5, *Techniques of Water Resources Investigations of the United States Geological Survey*. U.S. Geological Surv., Washington, D.C.

## 3500-Pb LEAD\*

### 3500-Pb A. Introduction

#### 1. Occurrence and Significance

Lead (Pb) is the fifth element in Group IVA in the periodic table: it has an atomic number of 82, an atomic weight of 207.19, and valences of 2 and 4. The average abundance of Pb in the earth's crust is 13 ppm; in soils it ranges from 2.6 to 25 ppm; in streams it is 3  $\mu\text{g/L}$ , and in groundwaters it is generally  $<0.1$  mg/L. Lead is obtained chiefly from galena (PbS). It is used in batteries, ammunition, solder, piping, pigments, insecticides, and alloys. Lead also was used in gasoline for many years as an anti-knock agent in the form of tetraethyl lead.

The common aqueous species are  $\text{Pb}^{2+}$  and hydroxide and carbonate complexes. Lead in a water supply may come from industrial, mine, and smelter discharges or from the dissolution of plumbing and plumbing fixtures. Tap waters that are inherently noncorrosive or not suitably treated may contain lead resulting from an attack on lead service pipes, lead interior plumbing, brass fixtures and fittings, or solder pipe joints.

\* Approved by Standard Methods Committee, 1997. Editorial revisions, 2011. Joint Task Group: 20th Edition—See Section 3500-A1.

Lead is nonessential for plants and animals. It is toxic by ingestion and is a cumulative poison. The Food and Drug Administration regulates lead content in food and in house paints. Under the lead-copper rule, the U.S. EPA drinking water 90th percentile action level is 15  $\mu\text{g/L}$ .

#### 2. Selection of Method

The atomic absorption spectrometric method (3111B) has a relatively high detection limit in the flame mode and requires an extraction procedure (3111C) for the low concentrations common in potable water. The electrothermal atomic absorption (AA) method (3113B) is more sensitive for low concentrations and does not require extraction. The inductively coupled plasma/mass spectrometric method (3125) is even more sensitive than the electrothermal AA method. The inductively coupled plasma method (3120) has a sensitivity similar to that of the flame atomic absorption method. Anodic stripping voltammetry (3130B) can achieve superior detection levels, but is susceptible to interferences from copper, silver, gold, and organic compounds. The dithizone method (B) is sensitive and specific as a colorimetric procedure.

Figura N°6 Métodos Normalizados para Plomo según el APHA

## 3500-Pb B. Dithizone Method

## 1. General Discussion

*a. Principle:* An acidified sample containing microgram quantities of lead is mixed with ammoniacal citrate-cyanide reducing solution and extracted with dithizone in chloroform ( $\text{CHCl}_3$ ) to form a cherry-red lead dithizonate. The color of the mixed color solution is measured photometrically.<sup>1,2</sup> Sample volume taken for analysis may be 2 L when digestion is used.

*b. Interference:* In a weakly ammoniacal cyanide solution (pH 8.5 to 9.5) dithizone forms colored complexes with bismuth, stannous tin, and monovalent thallium. In strongly ammoniacal citrate-cyanide solution (pH 10 to 11.5) the dithizonates of these ions are unstable and are extracted only partially.<sup>3</sup> This method uses a high pH, mixed color, single dithizone extraction. Interference from stannous tin and monovalent thallium is reduced further when these ions are oxidized during preliminary digestion. A modification of the method allows detection and elimination of bismuth interference. Excessive quantities of bismuth, thallium, and tin may be removed.<sup>4</sup>

Dithizone in  $\text{CHCl}_3$  absorbs at 510 nm; control its interference by using nearly equal concentrations of excess dithizone in samples, standards, and blank.

The method is without interference for the determination of 0.0 to 30.0  $\mu\text{g}$  Pb in the presence of 20  $\mu\text{g}$   $\text{Ti}^+$ , 100  $\mu\text{g}$   $\text{Sn}^{2+}$ , 200  $\mu\text{g}$   $\text{In}^{3+}$ , and 1000  $\mu\text{g}$  each of  $\text{Ba}^{2+}$ ,  $\text{Cd}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Mn}^{2+}$ ,  $\text{Hg}^{2+}$ ,  $\text{Sr}^{2+}$ ,  $\text{Zn}^{2+}$ ,  $\text{Al}^{3+}$ ,  $\text{Sb}^{3+}$ ,  $\text{As}^{3+}$ ,  $\text{Cr}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{V}^{3+}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ , and  $\text{SO}_4^{2-}$ . Gram quantities of alkali metals do not interfere. A modification is provided to avoid interference from excessive quantities of bismuth or tin.

*c. Preliminary sample treatment:* At time of collection acidify with conc  $\text{HNO}_3$  to pH <2 but avoid excess  $\text{HNO}_3$ . Add 5 mL 0.1N iodine solution to avoid losses of volatile organo-lead compounds during handling and digesting of samples. Prepare a blank of lead-free water and carry through the procedure.

*d. Digestion of samples:* Unless digestion is shown to be unnecessary, digest all samples for dissolved or total lead as described in 3030H or K.

*e. Minimum detectable concentration:* 1.0  $\mu\text{g}$  Pb/10 mL dithizone solution.

*f. Quality control (QC):* The QC practices considered to be an integral part of each method can be found in Section 3020.

## 2. Apparatus

*a. Spectrophotometer* for use at 510 nm, providing a light path of 1 cm or longer.

*b. pH meter.*

*c. Separatory funnels:* 250-mL Squibb type. Clean all glassware, including sample bottles, with 1 + 1  $\text{HNO}_3$ . Rinse thoroughly with reagent water.

*d. Automatic dispensing burets:* Use for all reagents to minimize indeterminate contamination errors.

## 3. Reagents

Prepare all reagents in lead-free water.

*a. Stock lead solution:* Dissolve 0.1599 g lead nitrate,  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  (minimum purity 99.5%), in approximately 200 mL water. Add 10 mL conc  $\text{HNO}_3$  and dilute to 1000 mL with water. Alternatively, dissolve 0.1000 g pure Pb metal in 20 mL 1 + 1  $\text{HNO}_3$  and dilute to 1000 mL with water; 1.00 mL = 100  $\mu\text{g}$  Pb.

*b. Working lead solution:* Dilute 2.0 mL stock solution to 100 mL with water; 1 mL = 2.00  $\mu\text{g}$  Pb.

*c. Nitric acid,  $\text{HNO}_3$ , 1 + 4:* Dilute 200 mL conc  $\text{HNO}_3$  to 1 L with water.

*d. Ammonium hydroxide,  $\text{NH}_4\text{OH}$ , 1 + 9:* Dilute 10 mL conc  $\text{NH}_4\text{OH}$  to 100 mL with water.

*e. Citrate-cyanide reducing solution:* Dissolve 400 g dibasic ammonium citrate,  $(\text{NH}_4)_2\text{HC}_6\text{H}_5\text{O}_7$ , 20 g anhydrous sodium sulfite,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , 10 g hydroxylamine hydrochloride,  $\text{NH}_2\text{OH} \cdot \text{HCl}$ , and 40 g potassium cyanide, KCN (CAUTION: POISON) in water and dilute to 1 L. Mix this solution with 2 L conc  $\text{NH}_4\text{OH}$ . CAUTION: Do not pipet by mouth. Prepare solution in a fume hood.

*f. Stock dithizone solution:* The dithizone concentration in the stock dithizone solutions is based on having a 100% pure dithizone reagent. Some commercial grades of dithizone are contaminated with the oxidation product diphenylthiocarbodiazone or with metals. Purify dithizone as directed below. For dithizone solutions not stronger than 0.001% (w/v), calculate the exact concentration by dividing the absorbance of the solution in a 1.00-cm cell at 606 nm by  $40.6 \times 10^3$ , the molar absorptivity.

In a fume hood, dissolve 100 mg dithizone in 50 mL  $\text{CHCl}_3$  in a 150-mL beaker and filter through a 7-cm-diam paper.\* Receive filtrate in a 500-mL separatory funnel or in a 125-mL erlenmeyer flask under slight vacuum; use a filtering device designed to handle the  $\text{CHCl}_3$  vapor. Wash beaker with two 5-mL portions  $\text{CHCl}_3$ , and filter. Wash the paper with three 5-mL portions  $\text{CHCl}_3$ , adding final portion dropwise to edge of paper. If filtrate is in flask, transfer with  $\text{CHCl}_3$  to a 500-mL separatory funnel.

Add 100 mL 1 + 99  $\text{NH}_4\text{OH}$  to separatory funnel and shake moderately for 1 min; excessive agitation produces slowly breaking emulsions. Let layers separate, swirling funnel gently to submerge  $\text{CHCl}_3$  droplets held on surface of aqueous layer. Transfer  $\text{CHCl}_3$  layer to 250-mL separatory funnel, retaining the orange-red aqueous layer in the 500-mL funnel. Repeat extraction, receiving  $\text{CHCl}_3$  layer in another 250-mL separatory funnel and transferring aqueous layer, using 1 + 99  $\text{NH}_4\text{OH}$ , to the 500-mL funnel holding the first extract. Repeat extraction, transferring the aqueous layer to 500-mL funnel. Discard  $\text{CHCl}_3$  layer.

To combined extracts in the 500-mL separatory funnel add 1 + 1 HCl in 2-mL portions, mixing after each addition, until dithizone precipitates and solution is no longer orange-red. Extract precipitated dithizone with three 25-mL portions  $\text{CHCl}_3$ . Dilute combined extracts to 1000 mL with  $\text{CHCl}_3$ ; 1.00 mL = 100  $\mu\text{g}$  dithizone.

*g. Dithizone working solution:* Dilute 100 mL stock dithizone solution to 250 mL with  $\text{CHCl}_3$ ; 1 mL = 40  $\mu\text{g}$  dithizone.

*h. Special dithizone solution:* Dissolve 250 mg dithizone in 250 mL  $\text{CHCl}_3$ . This solution may be prepared without purification because all extracts using it are discarded.

\* Whatman No. 42, or equivalent.

Figura N°7 Métodos Normalizados para Plomo según el APHA.

i. *Sodium sulfite solution:* Dissolve 5 g anhydrous  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  in 100 mL water.

j. *Iodine solution:* Dissolve 40 g KI in 25 mL water, add 12.7 g resublimed iodine, and dilute to 1000 mL.

#### 4. Procedure

a. *With sample digestion:* **CAUTION: Perform the following procedure (excluding use of spectrophotometer) in a fume hood.** To a digested sample containing not more than 1 mL conc acid add 20 mL 1 + 4  $\text{HNO}_3$  and filter through lead-free filter paper† and filter funnel directly into a 250-mL separatory funnel. Rinse digestion beaker with 50 mL water and add to filter. Add 50 mL ammoniacal citrate-cyanide solution, mix, and cool to room temperature. Add 10 mL dithizone working solution, shake stoppered funnel vigorously for 30 s, and let layers separate. Insert lead-free cotton in stem of separatory funnel and draw off lower layer. Discard 1 to 2 mL  $\text{CHCl}_3$  layer, then fill absorption cell. Measure absorbance of extract at 510 nm, using dithizone working solution, 3500-Pb.B.3g, to zero spectrophotometer.

b. *Without sample digestion:* To 100 mL acidified sample (pH 2) in a 250-mL separatory funnel add 20 mL 1 + 4  $\text{HNO}_3$  and 50 mL citrate-cyanide reducing solution; mix. Add 10 mL dithizone working solution and proceed as in ¶ a above.

c. *Calibration curve:* Plot concentration of at least five standards and a blank against absorbance. Determine concentration of lead in extract from curve. All concentrations are  $\mu\text{g Pb}/10$  mL final extract.

d. *Removal of excess interferences:* The dithizonates of bismuth, tin, and thallium differ from lead dithizonate in maximum absorbance. Detect their presence by measuring sample absorbance at 510 nm and at 465 nm. Calculate corrected absorbance of sample at each wavelength by subtracting absorbance of blank at same wavelength. Calculate ratio of corrected absorbance at 510 nm to corrected absorbance at 465 nm. The ratio of corrected

absorbances for lead dithizonate is 2.08 and for bismuth dithizonate is 1.07. If the ratio for the sample indicates interference, i.e., is markedly less than 2.08, proceed as follows with a new 100-mL sample: If the sample has not been digested, add 5 mL  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  solution to reduce iodine preservative. Adjust sample to pH 2.5 using a pH meter and 1 + 4  $\text{HNO}_3$  or 1 + 9  $\text{NH}_4\text{OH}$  as required. Transfer sample to 250-mL separatory funnel, extract with a minimum of three 10-mL portions special dithizone solution, or until the  $\text{CHCl}_3$  layer is distinctly green. Extract with 20-mL portions  $\text{CHCl}_3$  to remove dithizone (absence of green). Add 20 mL 1 + 4  $\text{HNO}_3$ , 50 mL citrate-cyanide reducing solution, and 10 mL dithizone working solution. Extract as in ¶ a above and measure absorbance.

#### 5. Calculation

$$\text{mg Pb/L} = \frac{\mu\text{g Pb (in 10 mL, from calibration curve)}}{\text{mL sample}}$$

#### 6. Precision and Bias

Single-operator precision in recovering 0.0104 mg Pb/L from Mississippi River water was 6.8% relative standard deviation and -1.4% relative error. At the level of 0.026 mg Pb/L, recovery was made with 4.8% relative standard deviation and 15% relative error.

#### 7. References

1. SWYDER, L.J. 1947. Improved dithizone method for determination of lead—mixed color method at high pH. *Anal. Chem.* 19:684.
2. SANDELL, E.B. 1959. *Colorimetric Determination of Traces of Metals*, 3rd ed. Interscience, New York, N.Y.
3. WICHMANN, H.J. 1939. Isolation and determination of trace metals—the dithizone system. *Ind. Eng. Chem., Anal. Ed.* 11:66.
4. AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS. 1977. *Annual Book of ASTM Standards*, Part 26. Method D3112-77. American Soc.

† Whatman No. 541, or equivalent.

Figura N°8 Métodos Normalizados para Plomo según el APHA.

**ANEXO N°3**  
**MODELO DEL ELECTRODO DE PLOMO.(7)**

9682BNWP Lead Combination Electrode

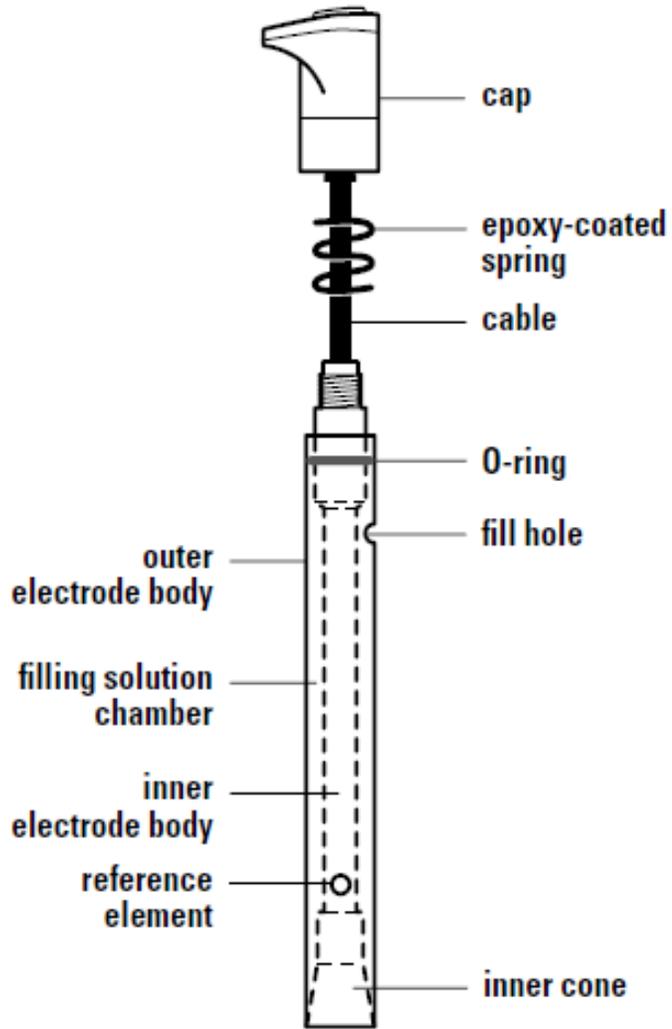


Figura N°9 Modelo del electrodo de plomo.

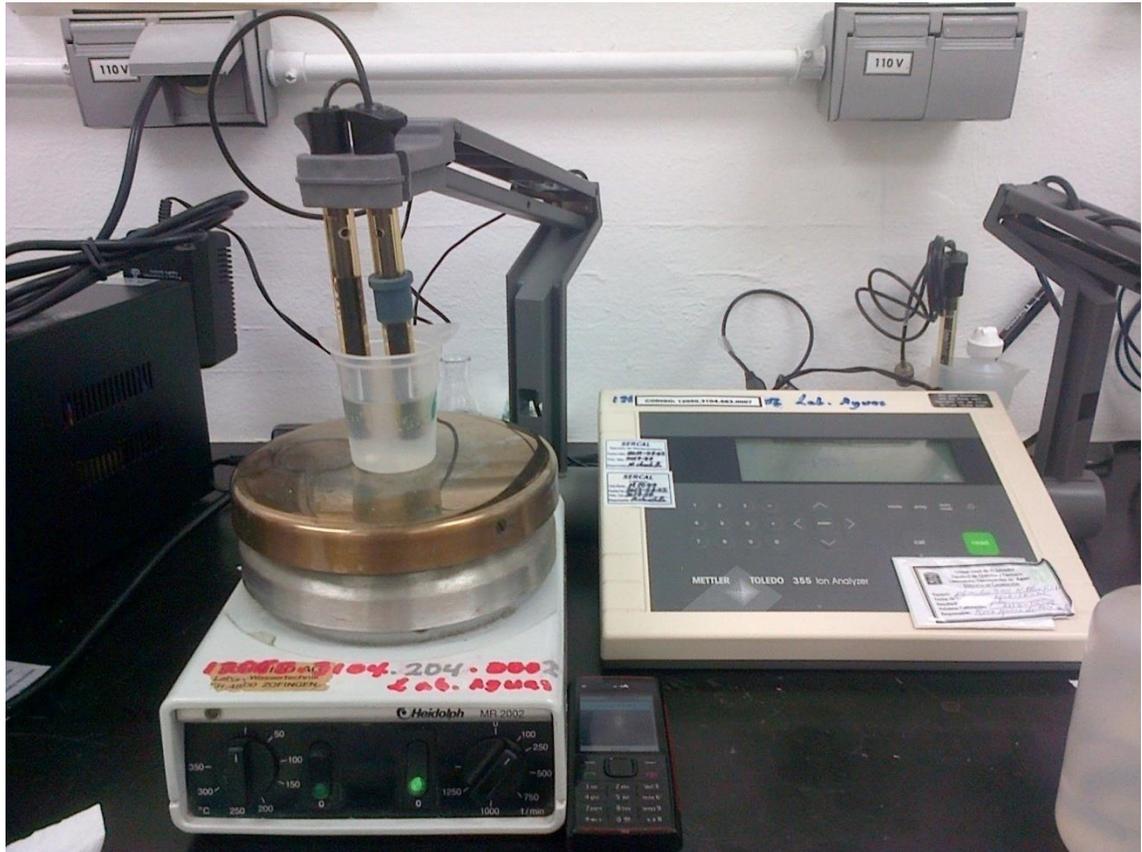


Figura N°10 Electrodo de plomo utilizado.

## ANEXO N°4

### CUADRO N°5 PARÁMETROS DE DESEMPEÑO A UTILIZAR PARA MÉTODOS NORMALIZADOS O NO NORMALIZADOS.

<b>Métodos Normalizados Modificados o No Normalizados</b>				
Parámetros	Identificación	Cuantificación de componentes mayoritarios**	Cuantificación de componentes minoritarios o impurezas en trazas**	Evaluación de características establecidas*
Selectividad/ Especificidad	<b>Sí</b>	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
Estabilidad analítica de la muestra	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>+</b>
Linealidad del Sistema	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Si</b>	<b>+</b>
Linealidad del Método	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>+</b>
Rango	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>+</b>
Exactitud	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>+</b>
Repetibilidad	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Precisión Intermedia	<b>No</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>	<b>Sí</b>
Reproducibilidad	<b>No</b>	<b>++</b>	<b>++</b>	<b>++</b>
Límite de Detección	<b>+</b>	<b>No</b>	<b>No</b>	<b>No</b>
Límite de Cuantificación	<b>No</b>	<b>+</b>	<b>Sí</b>	<b>+</b>
Robustez	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>+</b>	<b>+</b>

+: Puede o no requerirse, dependiendo de la normativa de referencia o la naturaleza del análisis o de las modificaciones que se le hagan al método. ++: Dependerá de la disponibilidad de laboratorios. \*: En esta categoría se hace alusión a procesos previos a la cuantificación (ej.: disolución, liberación de analitos, etc.) el método usado para la cuantificación (cuando aplique) se validará de acuerdo a columnas 2 o 3. \*\*:

**ANEXO N° 5.**  
**PREPARACIÓN DEL ELECTRODO DE PLOMO Y PROCEDIMIENTOS**  
**DE CALIBRACIÓN DEL MANUAL DEL ELECTRODO SELECTIVO DE**  
**IONES.<sup>(7)</sup>**

**Equipo necesario:**<sup>(7)</sup>

- Potenciómetro Mettler Toledo 355. Los electrodos también se puede utilizar en metros con una variedad de entradas cuando un cable adaptador es utilizado.
- Cable del electrodo Thermo Scientific Orion. Los 9482BN y 9482SC electrodos de plomo de media celda requieren un electrodo de referencia separado, Cat. No. 900200.
- Agitador magnético o Thermo Scientific Orion sonda agitadora, Cat. No. 096019. La sonda agitadora se puede utilizar con 3-Star, 4-Star y 5-Star medidores de mesa.

**Materiales:**<sup>(7)</sup>

- Matraces aforados, probetas graduadas y probetas de plástico; el material de laboratorio necesario para el análisis tiene que ser de bajo nivel de plomo.

**Reactivos:**<sup>(7)</sup>

- Agua destilada o desionizada.
- Solución de plomo de llenado del electrodo. Se utilizaron los resultados óptimos <sup>TM</sup>B solución de llenado, cat. No. 900062, para el electrodo de combinación 9682BNWP plomo. Utilice la cámara interior solución de llenado, cat. N ° 900002, y cámara externa solución de llenado, cat. N ° 900003, para la doble unión electrodo de referencia que se utiliza con la 9482BN y 9482SC plomo de media celda electrodos.
- Estándar de calibración de plomo 0,1 M cat. No. 948206. Se preparará de la siguiente manera: 1000 ppm solución de plomo - Añadir 48,3 mL de 0,1 M de estándar de plomo a un matraz aforado de 1 litro. Diluir a volumen con agua destilada y mezclar bien la solución.

- Solución de Metanol-formaldehído. La solución de metanol-formaldehído disminuye la solubilidad y retarda la oxidación del elemento de electrodo de detección. Se hará la solución de metanol-formaldehído en una proporción de 1:1 para todas las muestras y normas. Solución de metanol-formaldehído - Añadir 3 gotas de formaldehído al 37% a 1 litro de metanol grado reactivo.
- Solución de ajuste iónico (ISA). ISA proporciona un constante fondo de fuerza iónica de las muestras y estándares. Esta solución se hará de la siguiente manera: 5 M.  $\text{NaClO}_4$  - Añadir 80,25 gramos  $\text{NaClO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  grado reactivo a un matraz aforado de 100 mL. Añadir 50 mL de agua destilada y se mezcla la solución hasta que los sólidos son disueltos. Diluir a volumen con agua destilada y mezclar la solución a fondo.
- Solución de sulfato de sodio estándar 0,1 M Cat. No. 948207. La solución 0,1 M de estándar de sulfato de sodio es para mediciones de sulfato de hecho con el electrodo de plomo.

Luego se prepararán diluciones en serie como se detalla a continuación:

Dilución en serie es el mejor método para la preparación de estándares. Dilución en serie significa que una primer estándar se va a diluir, usando cristalería volumétrica, para preparar un patrón de segunda solución. El segundo estándar es similar y se diluirá para preparar un estándar tercero, y así sucesivamente, hasta el intervalo deseado de los estándares se ha preparado.

1. Para preparar una solución  $10^{-2}$  M de estándar de plomo (2072 ppm de plomo).

- Pipetear 10.0 mL de la solución del estándar de plomo 0,1 M en un matraz aforado de 100.0 mL. Diluir hasta la marca con agua desionizada y mezclar bien.

2. Para preparar una solución  $10^{-3}$  M del estándar de plomo (207,2 ppm de plomo).

- Pipetear 10.0 ml de la solución del estándar de plomo  $10^{-2}$  M en un matraz aforado de 100.0 mL. Diluir hasta la marca con agua desionizada y mezclar bien.

3. Para preparar una solución  $10^{-4}$  M del estándar de plomo (20,72 ppm de plomo).

- Pipetear 10.0 ml de la solución del estándar de plomo  $10^{-3}$  M en un matraz aforado de 100.0 mL. Diluir hasta la marca con agua desionizada y mezclar bien. Para preparar los estándares con una concentración diferente utilizar la siguiente fórmula:

$$C_1 * V_1 = C_2 * V_2$$

Dónde:

$C_1$  = concentración del estándar original

$V_1$  = volumen de la solución original

$C_2$  = concentración del estándar después de la dilución

$V_2$  = volumen de la solución después de la dilución.

#### **Preparación del electrodo:**<sup>(7)</sup>

Electrodo de plomo combinación 9682BNWP:

- Retire el capuchón protector de embalaje desde el elemento de detección y guardar el tapa para el almacenamiento. Rellene el electrodo con un resultado óptimo de llenado B solución, cat. No. 900062.

### **Instrucción de llenado para el Electrodo Combinado 9682BNWP:<sup>(7)</sup>**

1. Levante la tapa del surtidor de la botella de solución de llenado a una posición vertical.

2. Insertar la boquilla en el orificio de llenado en el cuerpo exterior del electrodo y añadir una pequeña cantidad de solución de llenado para la cámara de referencia. Invertir el electrodo para humedecer la parte superior O-anillo y luego devolver el electrodo a la posición vertical.

3. Sostenga el cuerpo del electrodo con una mano y utilice el pulgar para empujar hacia abajo sobre la tapa del electrodo para permitir unas pocas gotas de solución de llenado para drenar fuera del electrodo.

4. Suelte la tapa del electrodo. Si el manguito no devuelve a su posición original, comprobar si la O-ring está húmeda y repetir los pasos 2 a 4 hasta que el manguito vuelve a la posición original.

5. Añadir la solución de llenado para el electrodo hasta el orificio de llenado. Nota: Agregue solución de relleno cada día antes de utilizar el electrodo. El nivel de la solución de relleno debe ser por lo menos de una pulgada por encima del nivel de la muestra en el vaso de precipitados para asegurar una velocidad de flujo adecuada. El relleno del agujero debe estar siempre abierto al tomar medidas.

### **Comprobación del funcionamiento del electrodo.<sup>(7)</sup>**

Estas son las instrucciones generales que se pueden utilizar con la mayoría de estándares para comprobar el funcionamiento del electrodo. Este procedimiento

mide la pendiente del electrodo. Pendiente se define como el cambio en milivoltios observado con cada cambio diez veces en la concentración. La obtención del valor de la pendiente proporciona el mejor medio para comprobar el funcionamiento del electrodo.

1. Si el electrodo se ha almacenado seco, preparar el electrodo como se describe en la preparación del electrodo.

2. Conectar el electrodo a un metro con un modo de mV. Ajuste los metros al modo mV.

3. Añadir 50.0 mL de agua destilada, 50.0 mL de la solución de metanol-formaldehído y 2.0 mL de ISA en un vaso de precipitado de 150 mL. Se agita la solución a fondo.

4. Enjuagar el electrodo con agua destilada y coloque el electrodo en la solución preparada en el paso 3.

5. Seleccione 0,1 M o 1000 ppm del estándar de plomo. Pipetear 1.0 mL del estándar en el vaso de precipitados y se agita la solución a fondo. Cuando una lectura sea estable en la pantalla, anote el potencial de electrodo en milivoltios.

6. Pipetear 10.0 mL del estándar en el mismo vaso de precipitados y se agita la solución a fondo. Cuando una lectura se establezca, es la muestra y registrar el potencial de electrodo en milivoltios.

7. No debe haber una diferencia de 25 a 30 mV entre las dos lecturas en milivoltios cuando la temperatura de la solución es entre 20 a 25 °C.

La Medición Directa es un procedimiento sencillo que se usa para medir grandes cantidades de muestras. Sólo se requiere una lectura del medidor para cada muestra. La calibración se realiza en una serie de estándares. La concentración de las muestras se determina comparando con los estándares. El ajustador de fuerza iónica se añade a todas las soluciones para asegurar que las muestras y estándares tengan una fuerza iónica similar, pH adecuado, y para reducir el efecto de interferencia de iones.

#### **Técnica de Calibración directa de pequeño volumen:<sup>(7)</sup>**

Debido a que se requiere menos volumen de solución, el uso de productos químicos como el estándar de plomo e ISA se reduce. Este método también es conveniente cuando se realiza mediciones de campo, ya que la combinación 9682BNWP electrodo de plomo no requiere un electrodo de referencia separado. Todas las muestras deben tener una concentración superior a 1 ppm o  $5 \times 10^{-6}$  M de plomo. Una calibración de dos puntos es suficiente, aunque más puntos pueden ser utilizados. El siguiente procedimiento se recomienda utilizando 25.0 mL de muestra. Pequeños volúmenes de muestra se puede utilizar, siempre que el volumen final de la solución es suficiente para cubrir el parte inferior del electrodo.

### **Configuración de calibración directa de pequeño volumen:<sup>(7)</sup>**

1. Se preparará la sonda de plomo 9682BNWP como se describe en la preparación del electrodo y se llenará el electrodo con solución de llenado con resultado óptimo B, Cat. No. 900062.

2. Se conectará el electrodo al medidor.

3. Preparar al menos dos estándares que soporten la esperada muestra que sea amplia y que difieran en la concentración por un factor de diez. Los estándares pueden ser preparados en cualquier unidad de concentración para adaptarse al requisito de análisis particular. Todos los estándares deben estar a la misma temperatura que las muestras.

### **Procedimiento que se hará utilizando un medidor con Modo ISE en Calibración directa de pequeño Volumen.<sup>(7)</sup>**

1. Añadir 25.0 mL del estándar menos concentrado, 25.0 mL de la solución metanol-solución de formaldehído y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados de 50 mL y agite la solución para mezclar.

2. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en el vaso de precipitados con el estándar menos concentrado. Esperar para una lectura estable y ajustar el medidor muestre el valor de la solución, como se describe en la guía del usuario.

3. Añadir 25.0 mL del estándar más concentrado, 25.0 mL de la solución de metanol-formaldehído y 1.0 mL de ISA a un segundo vaso de precipitados de 50 mL y agite la solución para mezclar.

4. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en el vaso de precipitados con el estándar más concentrado. Espere a que se estabilice la lectura y ajuste el medidor para visualizar el valor del segundo estándar.

5. Anote el valor de la pendiente resultante. La pendiente debe ser entre 25 y 30 mV cuando las normas son entre 20 y 25 ° C.

6. Añadir 25.0 mL de muestra, 25.0 mL de metanol-formaldehído solución y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados limpio 50 mL y agitar la solución para mezclar.

7. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en la muestra. La concentración de la muestra será muestra en el medidor.

Nota: Otros volúmenes solución se puede utilizar, siempre y cuando la relación de solución de metanol-formaldehído para ISA sigue siendo 50:50:2.

**Procedimiento a realizar si se utiliza un medidor con un Modo  $mV$  ---  
Calibración directa de pequeño volumen.<sup>(7)</sup>**

1. Colocar el medidor en el modo mV.
2. Añadir 25.0 mL del estándar menos concentrado, 25.0 mL de la solución metanol-solución de formaldehído y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados de 50 mL y agite la solución para mezclar.
3. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en el vaso de precipitados con el estándar menos concentrado. Cuando una lectura estable en la pantalla, anote el valor mV y concentración estándar correspondiente.
4. Añadir 25.0 mL del estándar más concentrado, 25.0 mL de la solución de metanol-formaldehído y 1.0 mL de ISA a una segundo vaso de precipitados de 50 mL y agite la solución para mezclar.
5. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en el vaso de precipitados con el estándar más concentrado. Cuando una lectura estable este en la pantalla, anote el valor mV y concentración estándar correspondiente.
6. Con el uso de papel semi-logarítmico, preparar una calibración por el trazado de la curva de los valores de milivoltios en el eje lineal y los valores de concentración estándar en el eje logarítmico.

7. Añadir 25.0 mL de muestra, 25.0 mL de la solución metanol-formaldehído y 1.0 mL de ISA a un vaso de precipitados limpio de 50 mL y agitar la solución para mezclar.

8. Enjuagar el electrodo con agua destilada, séquelo y colóquelo en la muestra. Cuando una lectura estable este en la pantalla, registrar el valor en mV.

9. Usando la curva de calibración preparada en el paso 6, determinar la concentración desconocida de la muestra.

Nota: Otros volúmenes solución se puede utilizar, siempre y cuando la relación de solución de metanol-formaldehído para ISA sigue siendo 50:50:2.

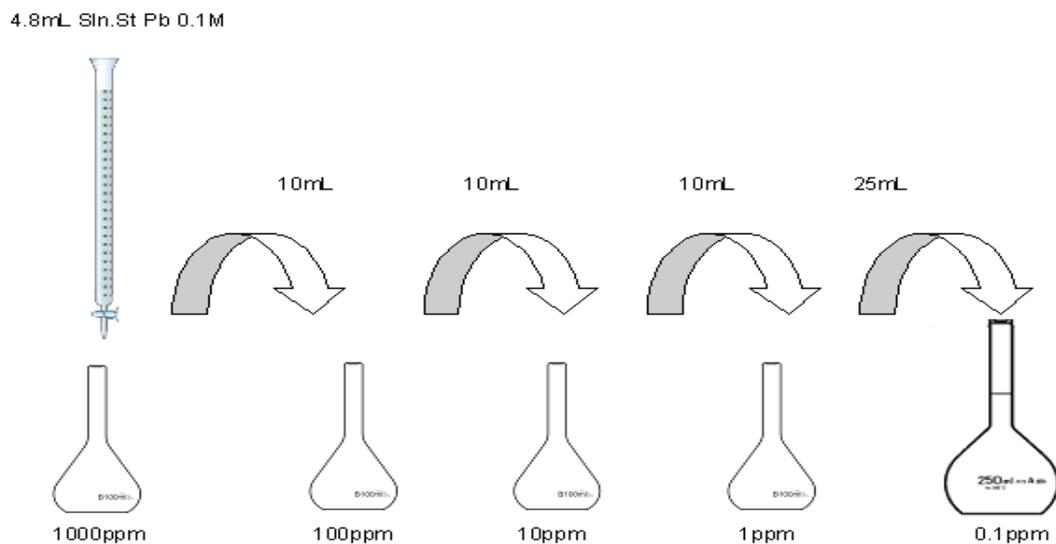


Figura N° 11 Esquema de preparación de estándares.

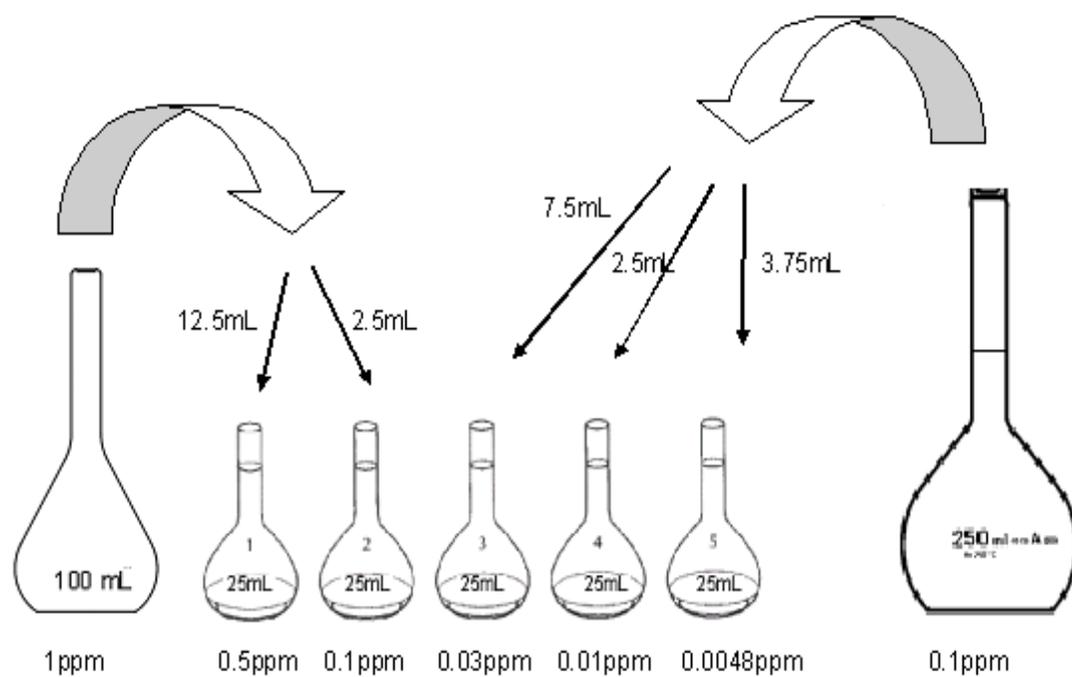
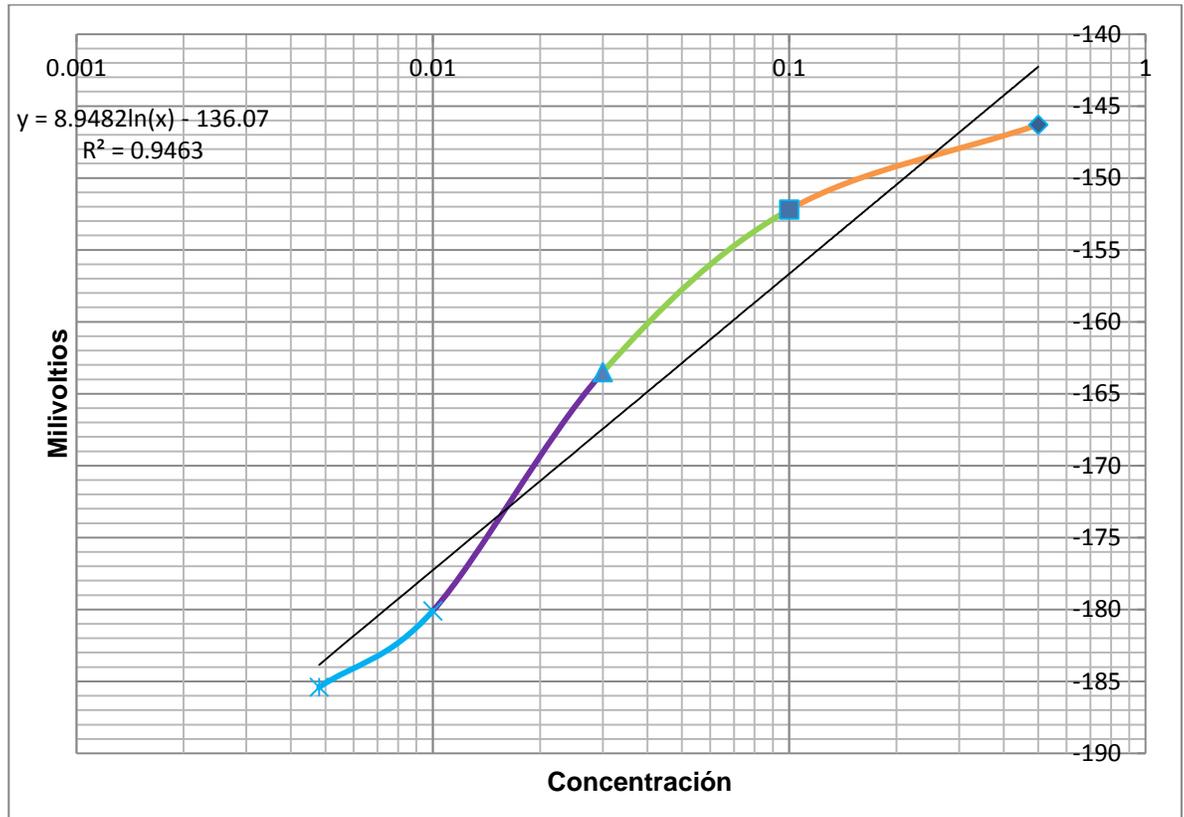


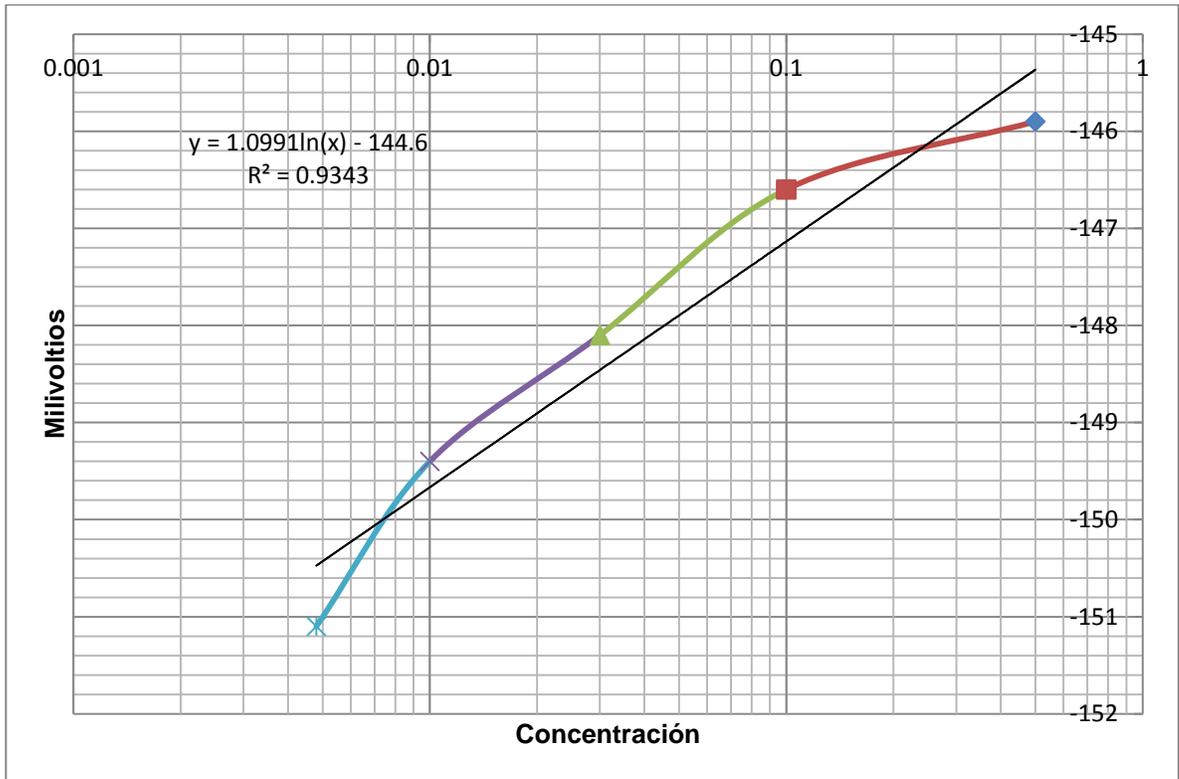
Figura N° 12 Esquema de preparación de la curva de calibración del electrodo de plomo.

**ANEXO N° 6**  
**CURVA DE ESTANDARES**



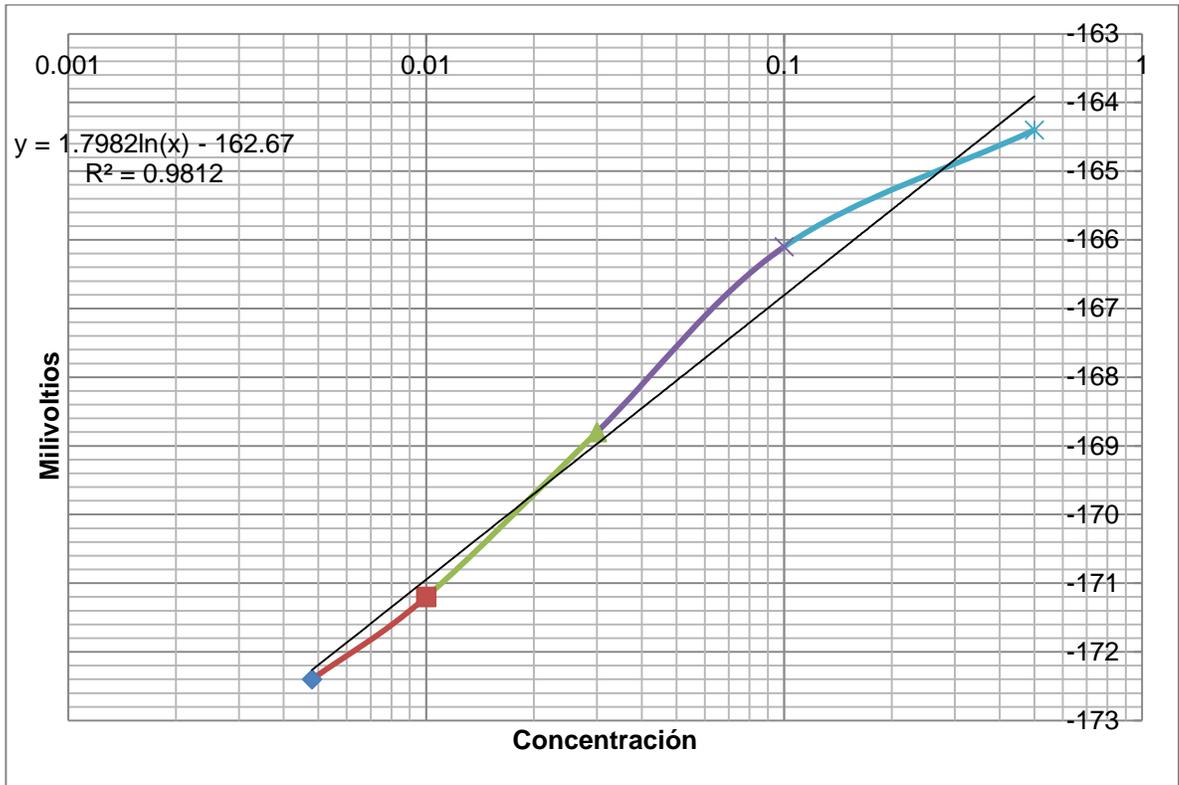
Concentración (ppm)	Milivoltios
0.5	-146.3
0.1	-152.2
0.03	-163.5
0.01	-180.1
0.0048	-185.4

Figura N° 13 Curva de calibración de plomo (13/08/2013).



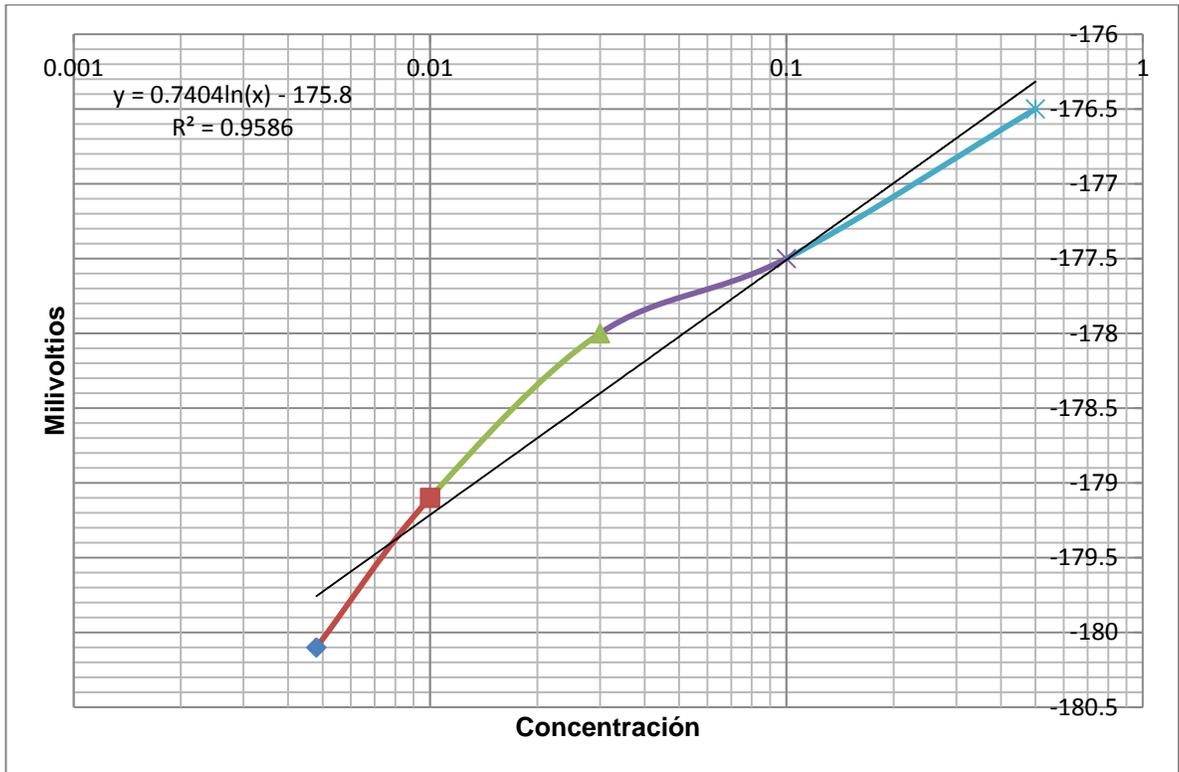
Concentración (ppm)	Milivoltios
0.5	-145.9
0.1	-146.6
0.03	-148.1
0.01	-149.4
0.0048	-151.1

Figura N° 14 Curva de calibración del electrodo de plomo (23/08/2013)



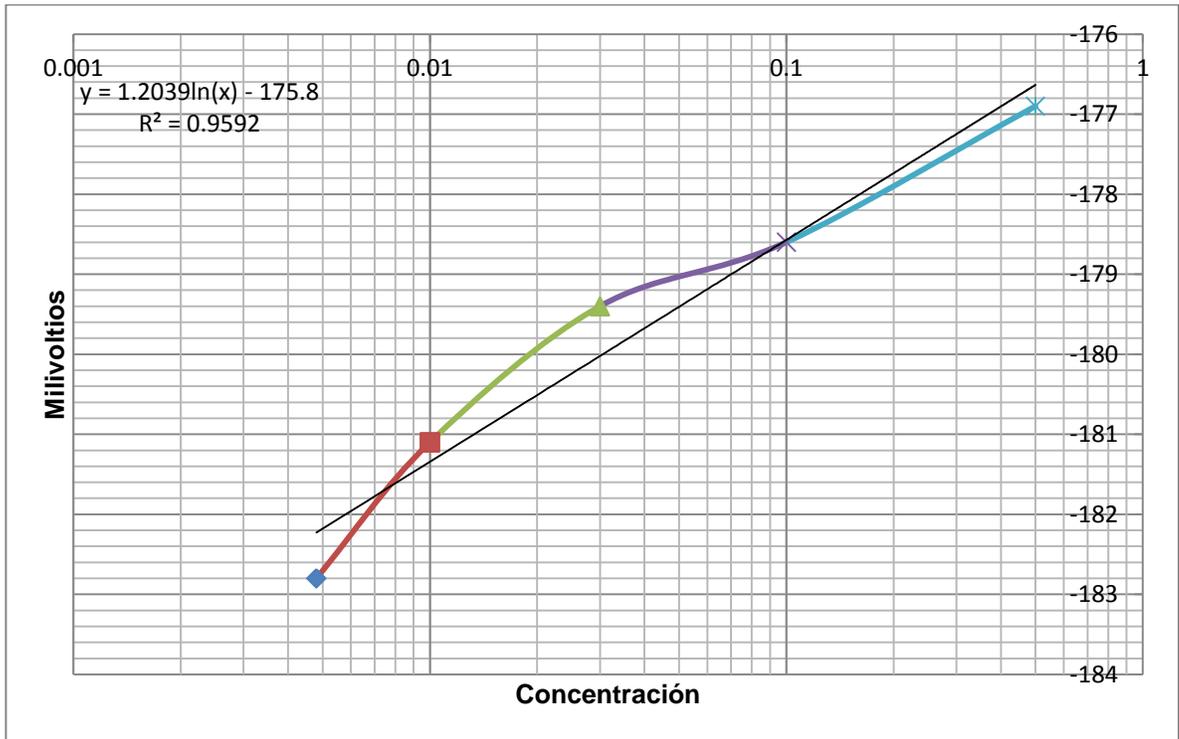
Concentración (ppm)	Milivoltios
0.0048	-172.4
0.01	-171.2
0.03	-168.8
0.1	-166.1
0.5	-164.4

Figura N° 15 Curva de calibración del electrodo de plomo (10/09/2013)



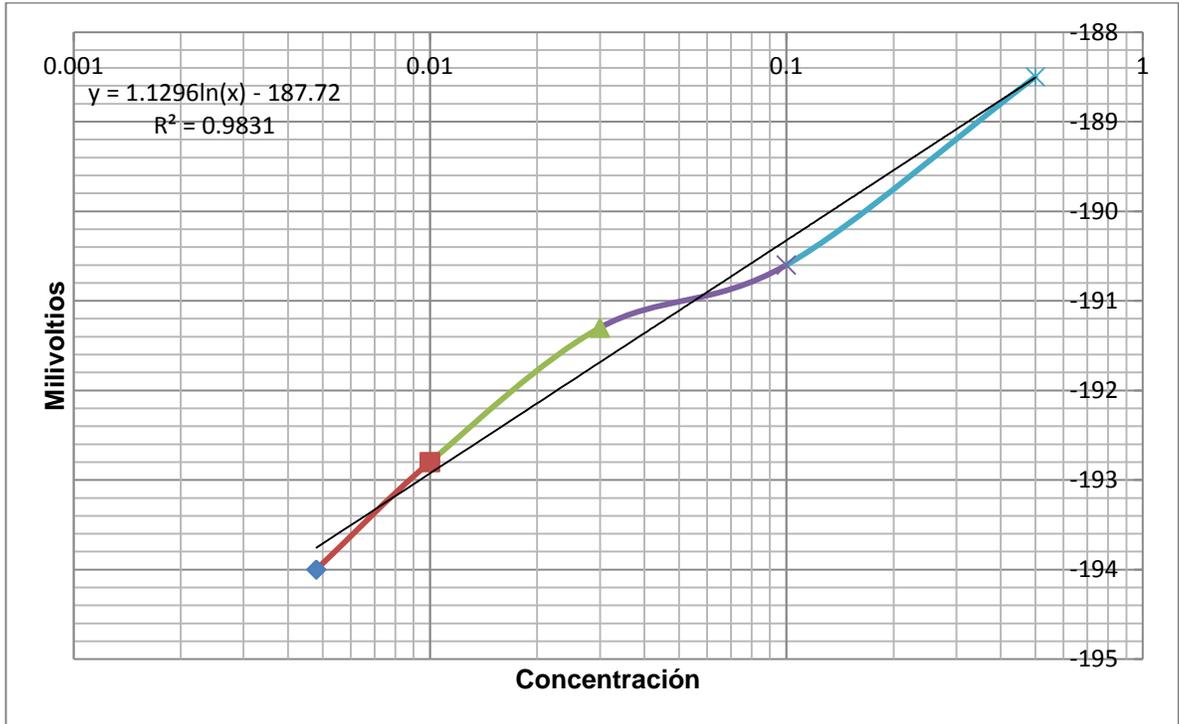
Concentración (ppm)	Milivoltios
0.0048	-180.1
0.01	-179.1
0.03	-178
0.1	-177.5
0.5	-176.5

Figura N° 16 Curva de calibración del electrodo de plomo (12/09/2013)



Concentración (ppm)	Milivoltios
0.0048	-182.8
0.01	-181.1
0.03	-179.4
0.1	-178.6
0.5	-176.9

Figura N°17 Curva de calibración del electrodo de plomo (13/09/2013)



Concentración (ppm)	Milivoltios
0.0048	-194
0.01	-192.8
0.03	-191.3
0.1	-190.6
0.5	-188.5

Figura N° 18 Curva de calibración del electrodo de plomo (17/09/2013).

**ANEXO N° 7**  
**CUADRO DE RESULTADOS DE LAS MUESTRAS ANALIZADAS DE**  
**AGUA POTABLE.**

**CUADRO N°6 RESULTADOS DE LAS MUESTRAS ANALIZADAS DE AGUA POTABLE**

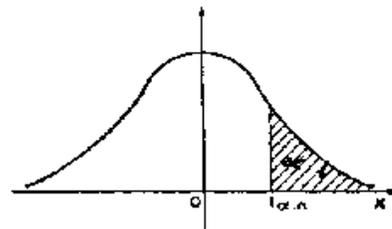
Mx. N°	Lectura (mV)	Concentración (mg/L)	Temperatura (°C)
1	-168.8	0.030	21.6
2	-168.2	0.039	21.8
3	-166.4	0.085	22.0
4	-165.8	0.120	22.0
5	-163.4	0.660	22.0
6	-167.2	0.049	22.0
7	-164.7	0.390	21.9
8	-166.7	0.072	21.9
9	-165.4	0.180	22.8
10	-167.3	0.052	22.8
11	-177.1	0.200	21.5
12	-176.8	0.280	21.6
13	-176.9	0.250	21.6
14	-176.4	0.450	21.6
15	-176.9	0.250	21.6
16	-176.6	0.430	21.6
17	-176.5	0.500	21.7
18	-177.4	0.210	21.7
19	-178.0	0.190	21.8
20	-178.4	0.140	22.4
21	-178.2	0.150	22.4
22	-177.8	0.220	22.4
23	-178.3	0.140	22.4
24	-178.6	0.100	22.4
25	-176.4	0.610	22.4
26	-177.3	0.350	22.6
27	-177.2	0.390	22.7
28	-177.2	0.390	22.8
29	-177.9	0.200	22.9
30	-176.3	0.660	23.1
31	-176.5	0.550	23.1
32	-178.6	0.100	23.0
33	-176.3	0.660	23.1
34	-178.4	0.140	23.1
35	-177.6	0.390	23.1
36	-177.9	0.200	23.1
37	-192.4	0.016	23.6
38	-190.5	0.120	19.6

39	-190.8	0.080	19.6
40	-191.1	0.040	19.5
41	-190.8	0.08	19.5
42	-190.7	0.09	19.5
43	-189.6	0.22	19.5
44	-188.8	0.20	19.5
45	-190.6	0.10	19.5
46	-190.3	0.14	19.4
47	-189.2	0.30	19.4
48	-189.2	0.30	19.2
49	-190.6	0.10	19.2
50	-190.5	0.11	19.3
51	-188.9	0.38	19.3
52	-189.9	0.19	19.3
53	-190.0	0.18	19.3
Total		12.483	

Continuación de cuadro N°4

$$\bar{x} = \frac{12.483}{53} = 0.2355$$

**ANEXO N°8**  
**TABLA T-STUDENT.(6)**



$\alpha/2$ gf	0,40	0,30	0,20	0,10	0,050	0,025	0,010	0,005	0,001	0,0005
1	0,325	0,727	1,376	3,078	6,314	12,71	31,82	63,66	318,3	636,6
2	0,289	0,617	1,061	1,886	2,920	4,303	6,965	9,925	22,33	31,60
3	0,277	0,584	0,978	1,638	2,353	3,182	4,541	5,841	10,22	12,94
4	0,271	0,569	0,941	1,533	2,132	2,776	3,747	4,604	7,173	8,610
5	0,267	0,559	0,920	1,476	2,015	2,571	3,365	4,032	5,893	6,859
6	0,265	0,553	0,906	1,440	1,943	2,447	3,143	3,707	5,208	5,959
7	0,263	0,549	0,896	1,415	1,895	2,365	2,998	3,499	4,785	5,405
8	0,262	0,546	0,889	1,397	1,860	2,306	2,896	3,355	4,501	5,041
9	0,261	0,543	0,883	1,383	1,833	2,262	2,821	3,250	4,297	4,781
10	0,260	0,542	0,879	1,372	1,812	2,228	2,764	3,169	4,144	4,587
11	0,260	0,540	0,876	1,363	1,796	2,201	2,718	3,106	4,025	4,437
12	0,259	0,539	0,873	1,356	1,782	2,179	2,681	3,055	3,930	4,318
13	0,259	0,538	0,870	1,350	1,771	2,160	2,650	3,012	3,852	4,221
14	0,258	0,537	0,868	1,345	1,761	2,145	2,624	2,977	3,787	4,140
15	0,258	0,536	0,866	1,341	1,753	2,131	2,602	2,947	3,733	4,073
16	0,258	0,535	0,863	1,337	1,746	2,120	2,583	2,921	3,686	4,015
17	0,257	0,534	0,863	1,333	1,740	2,110	2,567	2,898	3,646	3,965
18	0,257	0,534	0,862	1,330	1,734	2,101	2,552	2,878	3,611	3,922
19	0,257	0,533	0,861	1,328	1,729	2,093	2,539	2,861	3,579	3,883
20	0,257	0,533	0,860	1,325	1,725	2,086	2,528	2,845	3,552	3,850
21	0,257	0,532	0,859	1,323	1,721	2,080	2,518	2,831	3,527	3,819
22	0,256	0,532	0,858	1,321	1,717	2,074	2,508	2,819	3,505	3,792
23	0,256	0,532	0,858	1,319	1,714	2,069	2,500	2,807	3,485	3,767
24	0,256	0,531	0,857	1,318	1,711	2,064	2,192	2,797	3,467	3,745
25	0,256	0,531	0,856	1,316	1,708	2,060	2,485	2,787	3,450	3,725
26	0,256	0,531	0,856	1,315	1,706	2,056	2,479	2,779	3,435	3,707
27	0,256	0,531	0,855	1,314	1,703	2,052	2,473	2,771	3,421	3,690
28	0,256	0,530	0,855	1,313	1,701	2,048	2,467	2,763	3,408	3,674
29	0,256	0,530	0,854	1,311	1,699	2,045	2,462	2,756	3,396	3,659
30	0,256	0,530	0,854	1,310	1,697	2,042	2,457	2,750	3,385	3,646
40	0,255	0,529	0,851	1,303	1,648	2,021	2,423	2,704	3,307	3,551
50	0,255	0,528	0,849	1,298	1,676	2,009	2,403	2,678	3,262	3,495
60	0,254	0,527	0,848	1,296	1,671	2,000	2,390	2,660	3,232	3,460
80	0,254	0,527	0,846	1,292	1,664	1,990	2,374	2,639	3,195	3,415
100	0,254	0,526	0,845	1,290	1,660	1,984	2,365	2,626	3,174	3,389
200	0,254	0,525	0,843	1,286	1,653	1,972	2,345	2,601	3,131	3,339
500	0,253	0,525	0,842	1,283	1,648	1,965	2,334	2,586	3,106	3,310
$\infty$	0,253	0,524	0,842	1,282	1,645	1,960	2,326	2,576	3,090	3,291

## ANEXO N°9 TABLA DE FISHER. (5)

**Tabla 5. VALORES F DE LA DISTRIBUCIÓN F DE FISHER**

V <sub>2</sub>	V <sub>1</sub>	1 - α = 0,95																				
		1 - α = P ( F ≤ F <sub>α;V<sub>1</sub>;V<sub>2</sub> )</sub>																				
		V <sub>1</sub> = grados de libertad del numerador V <sub>2</sub> = grados de libertad del denominador																				
1	1	161,446	199,499	215,707	224,583	230,160	233,988	236,767	238,884	240,643	241,892	242,581	243,305	244,050	244,805	245,565	245,949	246,465	246,917	247,324	247,688	248,016
2	18,513	19,000	19,164	19,247	19,289	19,329	19,353	19,371	19,385	19,396	19,405	19,412	19,419	19,424	19,429	19,433	19,437	19,440	19,443	19,446	19,448	19,450
3	10,128	9,552	9,277	9,117	9,013	8,941	8,887	8,845	8,812	8,785	8,763	8,745	8,729	8,715	8,703	8,692	8,683	8,675	8,667	8,660	8,654	8,648
4	7,709	6,944	6,591	6,388	6,256	6,163	6,094	6,041	5,999	5,964	5,936	5,912	5,891	5,873	5,858	5,844	5,832	5,821	5,811	5,803	5,795	5,788
5	6,608	5,786	5,409	5,192	5,050	4,950	4,876	4,818	4,772	4,735	4,704	4,678	4,655	4,636	4,619	4,604	4,593	4,579	4,568	4,558	4,549	4,541
6	5,987	5,143	4,757	4,534	4,387	4,284	4,207	4,147	4,099	4,060	4,027	4,000	3,976	3,956	3,938	3,922	3,908	3,896	3,884	3,874	3,864	3,854
7	5,591	4,737	4,347	4,120	3,972	3,866	3,787	3,726	3,677	3,637	3,603	3,575	3,550	3,529	3,511	3,494	3,480	3,467	3,455	3,445	3,435	3,425
8	5,318	4,459	4,066	3,838	3,688	3,581	3,500	3,438	3,388	3,347	3,313	3,284	3,259	3,237	3,218	3,202	3,187	3,173	3,161	3,150	3,140	3,130
9	5,117	4,256	3,863	3,633	3,482	3,374	3,293	3,230	3,179	3,137	3,102	3,073	3,048	3,025	3,006	2,989	2,974	2,960	2,948	2,936	2,925	2,915
10	4,965	4,103	3,708	3,478	3,326	3,217	3,135	3,072	3,020	2,978	2,943	2,913	2,887	2,865	2,845	2,828	2,812	2,798	2,785	2,774	2,762	2,751
11	4,844	3,982	3,587	3,357	3,204	3,095	3,012	2,948	2,896	2,854	2,818	2,788	2,761	2,739	2,719	2,701	2,685	2,671	2,658	2,646	2,634	2,622
12	4,747	3,885	3,490	3,259	3,106	2,996	2,913	2,849	2,796	2,753	2,717	2,687	2,660	2,637	2,617	2,599	2,583	2,568	2,555	2,544	2,532	2,520
13	4,667	3,805	3,411	3,179	3,025	2,915	2,832	2,767	2,714	2,671	2,635	2,604	2,577	2,554	2,533	2,515	2,499	2,484	2,471	2,459	2,447	2,435
14	4,600	3,739	3,344	3,112	2,958	2,848	2,764	2,699	2,646	2,602	2,566	2,534	2,507	2,484	2,463	2,445	2,429	2,413	2,400	2,388	2,376	2,364
15	4,543	3,682	3,287	3,056	2,901	2,791	2,707	2,641	2,588	2,544	2,507	2,475	2,448	2,424	2,403	2,385	2,368	2,353	2,340	2,328	2,316	2,304
16	4,494	3,634	3,239	3,007	2,852	2,741	2,657	2,591	2,538	2,494	2,456	2,425	2,397	2,373	2,352	2,333	2,317	2,302	2,288	2,276	2,264	2,252
17	4,451	3,592	3,197	2,965	2,810	2,699	2,614	2,548	2,494	2,450	2,413	2,381	2,353	2,328	2,308	2,289	2,272	2,257	2,243	2,230	2,218	2,206
18	4,414	3,555	3,160	2,928	2,773	2,661	2,575	2,509	2,455	2,411	2,374	2,342	2,314	2,290	2,269	2,250	2,233	2,217	2,203	2,191	2,179	2,167
19	4,381	3,522	3,127	2,895	2,740	2,628	2,542	2,476	2,422	2,378	2,340	2,308	2,280	2,256	2,234	2,215	2,198	2,182	2,168	2,155	2,143	2,131
20	4,351	3,493	3,098	2,866	2,711	2,599	2,513	2,447	2,393	2,348	2,310	2,278	2,250	2,225	2,203	2,184	2,167	2,151	2,137	2,124	2,112	2,100
21	4,325	3,467	3,072	2,840	2,685	2,573	2,487	2,421	2,367	2,321	2,283	2,250	2,222	2,197	2,176	2,156	2,139	2,123	2,109	2,096	2,084	2,071
22	4,301	3,443	3,048	2,816	2,661	2,549	2,463	2,397	2,343	2,297	2,259	2,226	2,198	2,173	2,151	2,131	2,114	2,098	2,084	2,071	2,059	2,047
23	4,279	3,422	3,028	2,796	2,641	2,529	2,443	2,377	2,323	2,277	2,239	2,206	2,178	2,152	2,130	2,110	2,093	2,078	2,064	2,051	2,039	2,027
24	4,260	3,403	3,009	2,776	2,621	2,509	2,423	2,357	2,303	2,257	2,219	2,186	2,158	2,132	2,110	2,089	2,072	2,057	2,043	2,030	2,018	2,006
25	4,242	3,385	2,991	2,758	2,603	2,491	2,405	2,339	2,285	2,239	2,201	2,168	2,140	2,114	2,092	2,071	2,054	2,039	2,025	2,012	2,000	1,988
26	4,225	3,369	2,975	2,742	2,587	2,475	2,389	2,323	2,269	2,223	2,185	2,152	2,124	2,098	2,076	2,055	2,038	2,023	2,009	1,996	1,984	1,972
27	4,210	3,354	2,960	2,727	2,572	2,460	2,374	2,308	2,254	2,208	2,170	2,137	2,109	2,083	2,061	2,040	2,023	2,008	1,994	1,981	1,969	1,957
28	4,196	3,340	2,947	2,714	2,559	2,447	2,361	2,295	2,241	2,195	2,157	2,124	2,096	2,070	2,048	2,027	2,010	1,995	1,981	1,968	1,956	1,944
29	4,183	3,328	2,934	2,701	2,546	2,434	2,348	2,282	2,228	2,182	2,144	2,111	2,083	2,057	2,035	2,014	1,997	1,982	1,968	1,955	1,943	1,931
30	4,171	3,316	2,922	2,689	2,534	2,422	2,336	2,270	2,216	2,170	2,132	2,099	2,071	2,045	2,023	2,002	1,985	1,970	1,956	1,943	1,931	1,919
40	4,085	3,232	2,838	2,605	2,449	2,336	2,250	2,184	2,130	2,084	2,046	2,013	1,985	1,958	1,936	1,915	1,898	1,883	1,868	1,855	1,843	1,831
50	4,004	3,183	2,790	2,557	2,400	2,286	2,200	2,134	2,080	2,034	1,996	1,963	1,935	1,908	1,886	1,865	1,848	1,833	1,818	1,805	1,793	1,781
60	3,960	3,111	2,719	2,486	2,329	2,215	2,129	2,063	2,009	1,963	1,925	1,892	1,864	1,836	1,814	1,793	1,776	1,761	1,746	1,733	1,721	1,709
70	3,928	3,128	2,736	2,503	2,346	2,232	2,146	2,080	2,026	1,980	1,942	1,909	1,881	1,853	1,831	1,810	1,793	1,778	1,763	1,748	1,735	1,723
80	3,900	3,111	2,719	2,486	2,329	2,215	2,129	2,063	2,009	1,963	1,925	1,892	1,864	1,836	1,814	1,793	1,776	1,761	1,746	1,733	1,721	1,709
90	3,947	3,098	2,706	2,473	2,316	2,202	2,116	2,050	1,996	1,950	1,912	1,879	1,851	1,823	1,801	1,780	1,763	1,748	1,733	1,720	1,707	1,695
100	3,936	3,087	2,696	2,463	2,305	2,191	2,105	2,039	1,985	1,939	1,893	1,855	1,827	1,799	1,777	1,756	1,739	1,724	1,709	1,696	1,683	1,671
200	3,888	3,041	2,650	2,417	2,259	2,144	2,058	1,992	1,938	1,891	1,853	1,825	1,797	1,769	1,747	1,726	1,709	1,694	1,679	1,666	1,653	1,641
500	3,860	3,014	2,623	2,390	2,232	2,117	2,031	1,965	1,911	1,864	1,826	1,798	1,770	1,742	1,714	1,692	1,675	1,660	1,645	1,632	1,619	1,607
1000	3,851	3,005	2,614	2,381	2,223	2,108	2,019	1,948	1,894	1,847	1,809	1,781	1,753	1,725	1,697	1,675	1,658	1,643	1,628	1,615	1,602	1,590

Elaborada por Irene Patricia Valdez y Alfaro.

**ANEXO N°10**  
**PROTOCOLO DE PARAMETROS DE DESEMPEÑO DEL METODO**  
**DEL IÓN SELECTIVO DE PLOMO.**

**Cuadro N° 7 Protocoló de parámetros de desempeño del método del Ión Selectivo de plomo.**

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	1/8
<p><b>OBJETIVO</b>            Demostrar que el método ion selectivo es un método confiable para cuantificar los niveles de plomo en agua potable y cumple con los requerimientos de: selectividad, exactitud, repetibilidad, precisión intermedia, límite de cuantificación, límite de detección, linealidad de método, linealidad de sistema, rango, robustez.</p> <p><b>ALCANCE</b>            Método de análisis que se utiliza para cuantificar plomo en agua potable en concentración mayor de 0.005 ppm hasta 5 ppm utilizando el electrodo de plomo.</p> <p><b>MATERIALES</b>            Agitador            Balón volumétrico 25.0 mL, 50.0 mL y 100.0 mL.            Beaker 50.0 mL y 100.0 mL.            Bureta volumétrica 10.0 mL y 25.0 mL.            Pipeta volumétrica 15.0 mL</p> <p><b>REACTIVOS</b>            Ácido nítrico            Agua destilada            Agua de chorro            Estándar de plomo 0.1 M            Solución metanol-formaldehido            Solución ISA ( Perclorato de sodio 5M)</p> <p><b>PARAMETRO DE DESEMPEÑO</b>            Especificidad (Selectividad)            Exactitud            Precisión (Repetitibilidad)            Precisión Intermedia            Límite de Cuantificación            Límite de Detección            Linealidad del Método            Linealidad del Sistema            Rango            Robustez</p>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	2/8
<p><b>A. SELECTIVIDAD.</b></p> <p>- Se prepararon cuatro soluciones de plomo al 0.01 ppm se contaminaron tres de ellas con estándar de hierro a una concentración de 0.3ppm, 0.01ppm y 0.005ppm luego se procedió a analizarlas por el método del ion selectivo.</p> <p><b>Procedimiento de selectividad:</b></p> <p>- Se prepararon cuatro soluciones estándar de plomo al 0.01 ppm partiendo de una solución de estándar de plomo equivalente a 0.1 ppm.</p> <p>- Se contaminaron tres soluciones de estándar de plomo al 0.01 ppm con estándar de hierro a una concentración de 0.3 ppm, 0.01 ppm y 0.005 ppm.</p> <p>- Se les realizo a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</p> <p>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.</p> <p>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones estándar por medio de la curva de calibración realizada el mismo día del análisis.</p> <p><b>B. LINEALIDAD DEL SISTEMA.</b></p> <p>Se realizó analizando por el método del ion selectivo cinco soluciones estándar de plomo por triplicado con concentraciones de 0.5ppm, 0.1ppm, 0.03ppm, 0.01ppm y 0.0048ppm de plomo.</p>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	3/8
<p><b>Procedimiento de linealidad del sistema:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se prepararon cinco soluciones estándar de plomo por triplicado con concentraciones de 0.5 ppm, 0.01 ppm, 0.03 ppm, 0.01 ppm y 0.0048. Partiendo de las soluciones estándar de plomo equivalentes a 1ppm y 0.1 ppm.</li> <li>- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</li> <li>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios. Luego se calculó el valor de la pendiente (<math>b_1</math>), la ordenada al origen (<math>b_0</math>), coeficiente de determinación (<math>r^2</math>), intervalo de confianza de la pendiente (<math>IC(\beta_1)</math>), intervalo de confianza para la ordenada al origen (<math>IC(\beta_0)</math>) y el coeficiente de variación de regresión (<math>CV_{xy}</math>).</li> </ul> <p><b>A. LINEALIDAD DEL METODO.</b></p> <p>Se prepararon tres matrices de agua potable por triplicado y se le adicionaron cantidades de estándar de plomo equivalentes a 0.0075 ppm, 0.01 ppm y 0.0125 ppm. Luego se analizaron por el método del ión selectivo.</p>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	4/8
<p><b>Procedimiento de linealidad del método:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se prepararon tres matrices de agua potable por triplicado realizando a cada una el tratamiento de muestras.</li> <li>- A las matrices preparadas se le adiciono una cantidad de estándar de plomo al 0.0075 ppm, 0.01 ppm y 0.0125 ppm por triplicado, partiendo del estándar de plomo de 0.1 ppm y manteniendo constante la cantidad de matriz analítico en los tres niveles.</li> <li>- Se les realizo a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable. Luego se realizaron las lecturas con el electrodo de plomo.</li> <li>- Los matrices adicionados se analizaron por un mismo analista bajo las mismas condiciones y se reportó la cantidad adicionada vrs. cantidad recuperada. Se calculó el valor de la pendiente (<math>b_1</math>), la ordenada al origen (<math>b_0</math>), coeficiente de determinación (<math>r^2</math>), intervalo de confianza de la pendiente (<math>IC(\beta_1)</math>), intervalo de confianza para la ordenada al origen (<math>IC(\beta_0)</math>) y el coeficiente de variación de regresión (<math>CV_{x/y}</math>).</li> </ul> <p><b>B. RANGO</b></p> <p><b>Procedimiento de rango:</b></p> <p>Este parámetro se estableció mediante el valor máximo cuantificable obtenido en la linealidad y el valor mínimo obtenido en el límite de cuantificación.</p> <p><b>C. EXACTITUD.</b></p> <p>La exactitud del método se demostró analizando una solución de referencia. Luego se prepararon diez réplicas del material de referencia con una concentración de plomo equivalente a 0.01 ppm y se analizaron por el método del ion selectivo.</p>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	5/8
<p><b>Procedimiento de exactitud:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se preparó una solución de referencia de concentración equivalente a 0.01ppm de plomo la cual dio como resultado un valor de referencia.</li> <li>- Se prepararon diez réplicas del material de referencia a una concentración equivalente a 0.01 ppm y se les realizó el tratamiento de muestra.</li> <li>- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable. Y se realizaron las lecturas con el electrodo de plomo.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.</li> </ul> <p><b>D. PRECISION.</b></p> <p><b>F-1. Repetibilidad.</b></p> <p>Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.02 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, analista, instrumento y laboratorio.</p> <p><b>Procedimiento de repetibilidad:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se prepararon diez soluciones estándar de plomo a una concentración de 0.01 ppm partiendo de la solución de estándar de plomo correspondiente a 0.1 ppm. Manteniendo las condiciones de: día, analista, instrumento y laboratorio.</li> <li>- Se les realizo a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</li> <li>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las mismas condiciones.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.</li> </ul>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	6/8
<b>F-2. Precisión intermedia.</b>			
<p>Se realizó con la preparación de diez soluciones estándar correspondiente a 0.01 mg/mL de plomo, manteniendo las condiciones de: día, instrumento y laboratorio, variando su realización con dos analistas diferentes.</p>			
<b>Procedimiento de precisión intermedia:</b>			
<ul style="list-style-type: none"> <li>- Se prepararon diez soluciones estándar de plomo a una concentración de 0.01 ppm partiendo de la solución estándar de plomo correspondiente a 0.1 ppm. Manteniendo las condiciones de: día, instrumento y laboratorio, variando su realización con dos analistas diferentes.</li> <li>- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</li> <li>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.</li> </ul>			
<b>E. LIMITE DE CUANTIFICACION.</b>			
<p>El límite de cuantificación se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ion selectivo.</p>			

LABORATORIO FISICOQUIMICO DE AGUAS			
TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	7/8
<p><b>Procedimiento de límite de cuantificación:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos.</li> <li>- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</li> <li>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente. Se establecerá visualmente la concentración límite que permite cuantificar con razonable precisión y exactitud la respuesta obtenida.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.</li> </ul> <p><b>F. LIMITE DE DETECCION.</b></p> <p>El límite de detección se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos y se analizaron por el método del ión selectivo.</p>			

TITULO: Protocolo para determinar parámetros de desempeño en el método ión selectivo para la cuantificación de los niveles de plomo en agua potable.			
Estándar			
Nombre	Concentración	Lote	Vencimiento
Solución Estándar de plomo 0.1 M	0.1M	PS1	08/2013
Equipos			
Nombre	Nombre		Fecha de calibración
pH metro Metler	TOLEDO 355		02/04/2013
Fecha de emisión	Fecha de revisión	Fecha de aprobación	Página N°
13/08/2013	15/08/2013	23/09/2013	8/8
<p><b>Procedimiento:</b></p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Se determinó mediante la preparación tres soluciones estándar de plomo por duplicado en concentraciones de 0.0001 ppm, 0.0005 ppm y 0.0010 ppm. Simultáneamente se prepararon cuatro blancos.</li> <li>- Se les realizó a cada una de estas el procedimiento para la cuantificación de plomo en las muestras de agua potable.</li> <li>- Se hicieron las lecturas con el electrodo de plomo en las condiciones descritas anteriormente. Se estableciendo visualmente el nivel mínimo en el que este puede detectarse fielmente.</li> <li>- Se procedió a obtener la concentración real en cada una de las soluciones elaborándose una curva de calibración de concentración vrs. milivoltios.</li> </ul> <p><b>G. ROBUSTEZ.</b></p> <p><b>Procedimiento para determinar la robustez:</b></p> <p>Se establecieron los factores propios del método los cuales se consideran críticos, estos fueron: temperatura (baja, normal y alta) y humedad. La temperatura baja se trabajó a 19.4°C y humedad de 50%, la temperatura normal fue de 22.5°C y humedad de 48%, la temperatura alta de 25.8°C y 45% de humedad; la evaluación de este parámetro se realizó con dos repeticiones de una solución estándar de plomo con concentración de 0.01 mg/mL para cada temperatura y humedad especificados.</p>			

ANEXO N°11

CERTIFICADO DE ANALISIS DEL PLOMO.

Certificate Of Analysis

Product Information:

Part Number	948206
Description	LEAD 0.1M Pb(ClO4)2 STANDARD 475ML
Lot Number	PS1
Expiration Date	08/30/2013
Method Of Analysis	POTENTIOMETRIC

Actual Analysis:

Acceptance Range	Results	Unit Of Measure
0.1000 M + /- 0.0005 M LEAD PERCHLORATE	0.0998	M LEAD PERCHLORATE

Traceability:

<u>N.I.S.T Chemical</u> LEAD NITRATE	<u>SRM#</u> 928
---	--------------------

*Recibido  
02/02/2012*

Certificate Date: 08/04/2011

Approved By:

Quality Representative

©2010 Thermo Fisher Scientific Inc. All rights reserved. All trademarks are the property of Thermo Fisher Scientific Inc. and its subsidiaries. ROSS and the COIL tradenames are trademarks of Thermo Fisher Scientific Inc.

<b>Water Analysis Instruments</b>	<b>North America</b> 165 Cummings Center Beverly, MA 01915, USA Toll Free: 1-800-225-1490 Tel: 1-978-232-6000 info.water@thermo.com	<b>Netherlands</b> Tel: (31) 033-2463887 info.water.us@thermo.com	<b>India</b> Tel: (91) 22-4157-8900 wsi.asia@thermofisher.com	<b>Japan</b> Tel: (81) 045-453-9175 wsi.asia@thermofisher.com
	<b>China</b> Tel: (86) 21-69654538 wsi.asia@thermofisher.com	<b>Singapore</b> Tel: (65) 6778-6876 wsi.asia@thermofisher.com	www.thermoscientific.com/water	



**Thermo**  
SCIENTIFIC

244721-001 Rev.H

Figura N° 19 Certificado de análisis del plomo.