

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



**DETERMINACION DE LA PRESENCIA DE CROMO HEXAVALENTE EN
MUESTRAS DE AGUA DEL LAGO DE ILOPANGO POR EL METODO DE
ABSORCION ATOMICA**

TRABAJO DE GRADUACION PRESENTADO POR:

SILVIA MELANIE ESCALANTE AREVALO
ELSY GABRIELA RIVAS GARCIA

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

SECRETARIA GENERAL

DRA. ANA LETICIA ZAVALA DE AMAYA

FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA

DECANA

LICDA. ANABEL DE LOURDES AYALA DE SORIANO

SECRETARIO

LIC. FRANCISCO REMBERTO MIXCO LOPEZ

COMITÉ DE TRABAJO DE GRADUACION

COORDINADORA GENERAL

Licda. María Concepción Odette Rauda Acevedo

ASESORA DE AREA DE CONTROL DE CALIDAD DE PRODUCTOS FARMACÉUTICOS, COSMÉTICOS Y VETERINARIOS

MSc. Rocío Ruano de Sandoval.

ASESORA DE AREA QUIMICA AGRICOLA

MSc. Ena Edith Herrera Salazar

DOCENTE DIRECTOR

Lic. Arturo Alfonso García Mazzini

DEDICATORIA

Este trabajo está dedicado primeramente a Dios todopoderoso por estar siempre a mi lado. A mis padres por todo ese apoyo incondicional que siempre han tenido, por confiar en mí y motivarme a seguir adelante.

A mi suegra por todo su apoyo en momentos difíciles, a mi querido esposo Walter Castillo por todo su amor y comprensión que en todo momento me brindo, a mi hijo Samuel que es mi motivo de superación día con día.

A mis amigos por haber compartido nuestros sueños, alegrías, metas y tristezas.

A mis hermanas Gabriela y Karen, a quienes quiero mucho. Y a mi demás familia quienes sé que estarán orgullosos por este logro.

A todos ustedes les dedico con mucho cariño mi esfuerzo y la alegría de obtener al fin mi título.

Silvia Melanie Escalante Arévalo

DEDICATORIA



Gracias mi amado Dios por haberme dado la fortaleza de seguir adelante y permitirme llegar a mi meta, por estar siempre junto a mí en todo momento, por amarme. A mí querida mami que es el ángel que siempre esta cuidándome, que la extraño día con día, pero estoy segura que algún día volveremos a vernos. ¡Lo logramos mami!, Gracias papi por regalarme la mejor herencia que se le puede dar a un hijo, lo quiero mucho.

A mis primos Jacqueline y Carlos que los amo como mis hermanos gracias por impulsarme a seguir adelante aunque las cosas se pusieran grises y difíciles, los amo. A mis amigos, mis colegas, el mejor regalo de Dios Karla, Claudia, Fernando, Jaime, Katia, Marthy, Melanie, Héctor, Clary, Ericka, Andrea y Yayi, gracias por acompañarme en este hermoso viaje que es la vida y gracias por su amor, comprensión, consejos, su apoyo y por estar en el momento más difícil de mi vida, por las risas, abrazos y por todos los buenos momentos.

Y a mi amor, mi compañero, mi mejor amigo, mi corazón Héctor gracias por apoyarme siempre, por tu amor, por creer en mí, gracias por escoltarme en mis momentos felices y difíciles, por hacerme feliz Te amo.

Elsy Gabriela Rivas García

INDICE

	Página
RESUMEN	
CAPITULO I	
1.0 Introducción	xiv
CAPITULO II	
2.0 Objetivos	17
2.1 Objetivo General	17
2.2 Objetivos Específicos	17
CAPITULO III	
3.0 Marco Teórico	19
3.1 Características del Cromo	19
3.1.1 Propiedades Físicas	20
3.1.2 Propiedades Químicas	20
3.1.3 Fuentes del Cromo	21
3.1.4 Fuentes ocupacionales de exposición	22
3.1.5 Aplicaciones y usos	23
3.2 Efectos adversos sobre la salud humana	24
3.3 Cromo (III) y Cromo (VI)	24
3.4 Riesgos para el Medio Ambiente	26
3.5 Lago de Ilopango	28
3.6 Método cuantitativo utilizado para análisis de cromo	29
CAPITULO IV	
4.0 Diseño Metodológico	37
4.1 Tipo de Estudio	37
4.2 Investigación Bibliográfica	37
4.3 Investigación de Campo	37

4.4 Parte Experimental	38
4.5 Análisis	40
CAPITULO V	
5.0 Resultados y Discusión de Resultados	45
5.1 Selección de los Puntos de Muestreo	45
5.2 Análisis de Muestras	46
5.2.1 Resultados Mes de Septiembre de 2013	47
5.2.2 Comparación de los Resultados del Análisis de Muestras fortificadas con estándar de cromo	49
5.3 Comparación de Resultados con la Normativa de Ley de Aguas del Distrito Federal de México	53
CAPITULO VI	
6.0 Conclusiones	57
CAPITULO VII	
7.0 Recomendaciones	63
Bibliografía	67
Anexos	71

INDICE DE ANEXOS

ANEXO N°

1. Preparación de reactivos.
2. Instrumento utilizado para la toma de muestras de agua del Lago de Ilopango y toma de muestra.
3. Etiqueta de identificación de muestras.
4. Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer AA 800.
5. Certificados de resultados de los análisis de las muestras de Agua emitidos por el Ministerio de Salud.
6. Norma Mexicana NMX-AA-051-SCFI “Análisis de Agua-Determinación de Metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables, Residuales y Residuales tratadas-Método de Prueba”

INDICE DE CUADROS

CUADRO N°		N° pág.
1	Toma de Muestras de Agua del Lago de Ilopango para la determinación de Cromo Hexavalente.	45
2	Lectura de Absorbencias del Estándar de Cromo	46
3	Resultado del contenido de cromo hexavalente en los análisis de muestras de agua de Lago de Ilopango.	47
4	Resultado de muestra fortificada con estándar de cromo	49
5	Comparación de muestras fortificadas con estándares	51
6	Comparación de los resultados de las muestras del Lago de Ilopango con la Norma Oficial Mexicana	53

ÍNDICE DE FIGURAS

Fig. N°.		Pagina
1	Mapa topográfico de Lago de Ilopango	29
2	Componentes básicos de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica	31
3	Quemador-Nebulizador de un espectrofotómetro de Absorción Atómica	32
4	Ubicación geográfica de la Isla Cerro de los patos del Lago de Ilopango	45
5	Curva de calibración de Concentración vrs Absorbancia del cromo	46
6	Curva de regresión de cromo hexavalente en el mes de septiembre de año 2013	50
7	Grafica de comparación de resultados de la concentración estándares vrs muestras fortificadas	52
8	Comparación de los resultados con la Norma Oficial Mexicana	54
9	Instrumento utilizado para la toma de muestra de agua	75
10	Toma de muestra de Agua del Lago de Ilopango	75
11	Etiqueta de identificación de muestras	76
12	Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer AA 800	77

INDICE DE TABLAS

		Nº pág.
1	Grados de oxidación del cromo	21
2	Intervalos de concentración medibles con atomización convencional	30

RESUMEN

La presente investigación es la determinación de la presencia de Cromo Hexavalente por Absorción Atómica con Horno de grafito en muestras de agua provenientes de la zona noroeste con respecto a la Isla Cerro de Los Patos del Lago de Ilopango, realizando la toma de muestras en septiembre del año 2013. Se seleccionaron 5 puntos de muestreo a 5, 10, 25, 50, y 100 metros de la rivera del lago en dirección a la isla donde se encuentra ubicada la zona industrial de textilería, curtiembre, pintura, entre otras, lugar donde se considero un probable foco de contaminación por la utilización de Cromo en sus procesos de producción. En investigaciones científicas realizadas por países como México ha demostrado el impacto ambiental que puede ocasionar el uso de altas concentraciones de este elemento al momento de desechar sus aguas, esto ha llevado a la creación de normativas para el tratamiento de este tipo de agua residual. La concentración de Cromo hexavalente en las muestras de agua analizadas es de 0.00203 ppm de Cromo Hexavalente. Dichos resultados indican que la concentración de Cromo encontrada en el Lago de Ilopango no es perjudicial para la salud ni el medio ambiente y al compararla con la Norma de México NMX-AA-051-SCFI-2001 “Análisis de Agua-Determinación de Metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables, Residuales y Residuales tratadas- Método de Prueba” se encuentra por debajo de los 0.5 ppm de Cromo que es el límite máximo permisible. Se recomienda que las Industrias de Textilería, curtiembre, pintura, etc capaciten a sus empleados sobre el manejo y tratamiento de aguas residuales obtenidas en el proceso de producción. Y que el Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales monitoreen constantemente las aguas naturales del país para poder establecer si puede haber contaminación por Cromo Hexavalente y complementar estos estudios con el Método de Absorción Atómica.

CAPITULO I
INTRODUCCION

1.0. INTRODUCCION

Se considera que el agua es el recurso natural que sufre mayor impacto ambiental en El Salvador, el 90% del agua superficial de ríos, lagunas y lagos está contaminada por desechos domésticos, agrícolas e industriales. Según estudios realizados por estudiantes de química de la Universidad José Simeón Cañas (UCA) en el año 2000 establecieron que en un censo realizado por el Ministerio de Salud sobre industrias contaminantes señala que en el municipio de Ilopango es uno de los más contaminados en su mayor parte por fábricas, que probablemente no dan tratamientos previo a sus aguas antes de desechar.⁽⁸⁾

Las Industrias textiles o curtiembres generan en todas sus etapas cantidades apreciables de desechos dañinos al medio ambiente, presentando una migración al subsuelo y eventualmente la contaminación se deposita en los reservorios de aguas subterráneas, inhabilitando terrenos utilizables, lo cual ha llegado a ser un problema en países densamente poblados ⁽⁸⁾.

El presente trabajo consistió en la determinación de Cromo hexavalente por Absorción Atómica con Horno de grafito en muestras de agua provenientes de la zona noroeste con respecto a la Isla Cerro de Los Patos del Lago de Ilopango, ubicado en el municipio de Ilopango Boulevard del Ejército, esta zona se considerado la más idónea para la toma de muestras debido al grado de contaminación. Las muestras fueron recolectadas durante el mes de Septiembre del año 2013.

Se definieron cinco puntos de para la toma de muestra ubicados a 5, 10, 25, 50 y 100 metros de la ribera del Lago en la zona noroeste con respecto a la Isla Cerro de los Patos, a una profundidad de 1.5 y 2.0 metros, posteriormente se

llevaron al Laboratorio Dr. Max Bloch del Ministerio de Salud para su análisis por el método de Absorción Atómica con horno de grafito.

La investigación determinó la ausencia de Cromo hexavalente en el Lago de Ilopango, para el mes de Septiembre del año 2013, con una concentración de 0.00203 partes por millón de Cromo. Este resultado se encuentra por debajo del límite máximo permisible de 0.5 mg/L de Cromo, según la Norma de México NMX-AA-051-SCFI-2001 “Análisis de Agua-Determinación de Metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables, Residuales y Residuales tratadas- Método de Prueba”⁽¹⁵⁾

CAPITULO II

OBJETIVOS

2.0. OBJETIVOS

2.1. OBJETIVO GENERAL

Determinar la presencia de cromo hexavalente en muestras de agua del Lago de Ilopango por el método de absorción atómica.

2.2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

2.2.1. Recopilar bibliográficamente los efectos perjudiciales que produce el cromo hexavalente en el medio ambiente y en los seres humanos.

2.2.2. Seleccionar cinco puntos de muestreo en la zona noreste de la Isla Los Patos del Lago de Ilopango.

2.2.3. Realizar el análisis de cromo hexavalente por el método de Absorción Atómica en las muestras recolectadas ⁽³⁾

2.2.4. Comparar los resultados de cromo hexavalente obtenidos en las muestra con la Norma Mexicana “Análisis de agua- Determinación de metales por Absorción Atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas (NMX-AA-051-SCFI-2001)” ⁽¹⁵⁾

CAPITULO III
MARCO TEORICO

3.0. MARCO TEORICO

En las industrias textiles, curtiembre o de pintura tiene altos índices de consumo de agua y por consiguiente genera grandes cantidades de aguas residuales con alto contenido de materia orgánica, sólidos, salinidad, grasas y presencia de contaminantes específicos, tales como *romo*, *sulfuros* y *amoníaco*. Los efluentes del proceso de curtido de pieles contiene la mayor parte del cromo trivalente presente en las aguas residuales de la industria de curtido de pieles. ⁽¹²⁾

3.1. CROMO

3.1.1. CARACTERISTICAS ⁽¹⁰⁾

El cromo es un metal de transición sólido, frágil, gris plateado brillante. Es muy resistente frente a la corrosión, es un elemento común y ocupa el puesto 21 en abundancia entre los elementos de la corteza terrestre.

Su estado de oxidación más alto es el +6, aunque estos compuestos son muy oxidantes. Los estados de oxidación +4 y +5 son poco frecuentes, mientras que los estados más estables son +2 y +3. También es posible obtener compuestos en los que el cromo está presente en estados de oxidación más bajos, pero son bastante raros. Existen cuatro isótopos naturales del cromo, ^{50}Cr , ^{52}Cr , ^{53}Cr , ^{54}Cr , y su mineral más importante por abundancia es la cromita (FeCr_2O_4).

3.1.2. PROPIEDADES ⁽¹⁰⁾

El cromo compacto posee una gran resistencia, es inoxidable tanto al aire húmedo como al aire seco y aún calentado con bastante intensidad se oxida sólo en pequeño grado. Solamente al soplete de oxígeno arde convirtiéndose en óxido de cromo desprendiendo chispas, si contiene carbono es de difícil

combustión, puede conservarse inalterable en contacto con el aire, es antimagnético, es relativamente suave y dúctil cuando está muy puro.

3.1.3 PROPIEDADES FÍSICAS DEL CROMO ⁽¹⁰⁾

- **Nombre:** Cromo
- **Símbolo:** Cr
- **Grupo de la tabla periódica:** 6
- **Número atómico:** 24
- **Valencia:** +2, +3, +4, +5 y +6.
- **Estado de oxidación:** +3.
- **Electronegatividad:** 1.6
- **Configuración electrónica:** [Ar]3d⁵4s¹
- **Masa atómica:** 51.996 g/mol
- **Punto de fusión:** 1.857 °C
- **Punto de ebullición:** 2.672 °C
- **Densidad:** 7.2 g/cm³
- **Estructura cristalina:** cúbica centrada en el cuerpo.
- **Aspecto:** plateado metálico.

3.1.4. PROPIEDADES QUÍMICAS ⁽¹⁰⁾

Los estados de oxidación del cromo son: -2, 0, +2, +3 y +6, derivados de las valencias -2 y +2 tiene poca importancia, el 0 corresponde al cromo metálico. Los únicos compuestos de importancia biológica son los derivados de los estados de oxidación +3 y +6, el primer grupo pertenecen el óxido crómico (Cr₂O₃) y las sales crómicas como el cloruro crómico (CrCl₃) o el anión cromito (Cr(OH)⁴⁻) y al segundo grupo, el trióxido de cromo (CrO₃), los cromatos (CrO₄)²⁻ y los dicromatos (Cr₂O₇)²⁻.

Las sales de cromo divalente (sales cromosas), son muy inestables y sus diluciones acuosas tiene color azul intenso, las sales de cromo III (sales crómicas), son estables, sus diluciones no contienen iones Cr^{+3} , son de color verde o violetas, las sales normales de Cromo V son muy inestables y el más conocido son los peróxicromatos [$\text{Cr}_2\text{O}_2^{4+}$ y $\text{Cr}_3(\text{O}_2)_2^{5+}$] rojos, el cromo VI forma aniones y estos forman los cromatos amarillos en disolución alcalina o neutra, y los dicromatos rojos anaranjados en disolución acida.

Tabla N° 1: Grados de Oxidación del Cromo ⁽¹⁰⁾

VALENCIA	OXIDO/COLOR	HIDROXIDO/ COLOR	IONES/COLOR DE DISOLUCION	NOMBRE DE LA SAL
II	-	-	Cr^{+3} / Azul	Sales de Cromo II
III	Cr_2O_3 / Verde	$\text{Cr}(\text{OH})_3$ / Verde Grisáceo	$[\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6]^{+3}$ / verde y violeta	Sales de Cromo III
V		H_3CrO_8 / Azul	$\text{CrO}_8^{''''}$ / Pardo rojizo	Peroxicromatos rojos
VI	CrO_3 / rojo	H_2CrO_4 / Rojo	$\text{CrO}_4^{''}$ / Amarillo	Cromatos
	-	$\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ / Anaranjado	$\text{Cr}_2\text{O}_7^{''}$ / Rojo	Dicromatos
	-	$\text{H}_2\text{Cr}_2\text{O}_{12}$ / Azul	$\text{Cr}_2\text{O}_{12}^{''}$ / Violeta azulado	Peroxicromatos azules

3.1.5 FUENTES DE CROMO ⁽¹⁾

El cromo que entra al ambiente es aproximadamente un 64% del total de las emisiones atmosféricas ingresa como cromo (III) el cual procede de la producción de acero y de la combustión (comercial e industrial), mientras que el 32% es cromo (VI) que proviene de la fabricación de productos químicos, actividades de cromado y de las torres de enfriamiento, según la EPA (Environmental Protection Agency) calculo que cada año se emiten a la atmosfera 2,840 toneladas métricas de cromo total, 110 mil toneladas de cromo metálico. Para la población en general, las principales fuentes son aire, agua y alimentos.

- **AIRE:** la concentración de cromo total (cromo III y VI) en zonas no industriales es menor de 0.1 mg/m^3 , en las zonas industriales químicas que usan pueden aumentar estos valores.
- **AGUA:** las concentraciones de cromo total en agua de bebida son inferiores a $2 \text{ } \mu\text{g/L}$ (2 ppb), los efluentes de industrias como las de cromado, curtiembres, protección de madera, textiles, etc aportan cantidades relativamente elevadas de cromo 0.4 a $8 \text{ } \mu\text{g Cr/L}$. El cromo VI puede persistir en este estado en aguas con bajo contenido de materia orgánica, al pH natural el Cromo III forma compuestos insolubles (a menos que se formen complejos).
- **PLANTAS:** Las plantas que no han crecido en suelos contaminados contienen cromo en concentraciones de 0.2 mg/Kg , en suelos contaminados esta concentración puede llegar hasta 0.5% .
- **ALIMENTOS:** El cromo se encuentra de manera natural en vegetales frescos, frutas, levadura, grano y carne, pero el cromo III es un nutriente esencial para los seres humanos. ⁽¹⁾

3.1.5.1 FUENTES OCUPACIONALES DE EXPOSICION ⁽¹⁾

Las principales fuentes de exposición al cromo III es en el curtido de pieles o textileras, las del cromo VI son el soldado de acero inoxidable, cromado, y ambos en la Industria del ferrocromo, Pigmentos del cromo, así mismo a exposición a rellenos sanitarios y confinamientos industriales en los que se hayan depositados desechos que contengan cromo, fábrica de cemento, torres industriales de enfriamiento en las que se haya usado el cromo como inhibidor de la corrosión, corrientes de aguas superficiales que reciba efluentes de las industriales de galvanizado, curtido y textiles.

3.1.6. APLICACIONES Y USOS ⁽¹⁾

- El cromo se utiliza en metalurgia para aportar resistencia a la corrosión y un acabado brillante.
- En aleaciones como el acero inoxidable contiene más de un 12% de cromo, aunque las propiedades antioxidantes, además tiene un efecto que fija la ferrita y la fija.
- En pinturas cromadas sirve como tratamiento antioxidante
- Sus cromatos y óxidos se emplean en colorantes y pinturas.
- El dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) es un reactivo químico que se emplea en la limpieza de material de vidrio de laboratorio y, en análisis volumétricos, como agente valorante.
- Es común el uso del cromo y de alguno de sus óxidos como catalizadores.
- El mineral cromita ($Cr_2O_3 \cdot FeO$) se emplea en moldes para la fabricación de ladrillos (en general, para fabricar materiales refractarios). Con todo, una buena parte de la cromita consumida se emplea para obtener cromo en aleaciones.
- En el curtido del cuero es frecuente emplear el denominado "*curtido al cromo*" en el que se emplea hidroxisulfato de cromo (III) ($Cr(OH)(SO_4)$) y en textileras se usa como mordiente.
- Para preservar la madera se suelen utilizar sustancias químicas que se fijan a la madera protegiéndola. Entre estas sustancias se emplea óxido de cromo (VI) (CrO_3).
- Cuando en el corindón (Al_2O_3) se sustituyen algunos iones de aluminio por iones de cromo se obtiene el rubí; esta gema se puede emplear, por ejemplo, en láseres.
- El dióxido de cromo (CrO_2) se emplea para fabricar las cintas magnéticas empleadas en las cassetes, dando mejores resultados que con óxido de hierro (III) (Fe_2O_3) debido a que presentan una mayor coercitividad.

3.1.7 QUIMICA AMBIENTAL DEL CROMO ⁽¹⁾

Los efluentes industriales que contienen cromo se incorporan a las aguas naturales, la forma química dependerá de la presencia de materia orgánica en las aguas, si se encuentra presente en grandes cantidades, el cromo VI se reducirá a cromo III, el cual se podrá absorber en las partículas o formar complejos insolubles. Estos pueden permanecer en suspensión cerca del sitio de entrada al ambiente, ser transportados al océano, o bien precipitar y ser incorporados a los sedimentos. En los océanos ocurre un proceso similar. La proporción de cromo III es directamente proporcional a la profundidad de los sedimentos. El cromo también entra al ambiente a partir de todos los procesos de combustión, incluyendo los incendios forestales. Aunque en este caso no se conoce con certeza el estado de oxidación que se emite, se supone que debe ser la forma hexavalente, que con facilidad pasa al estado trivalente, que es el más estable.

3.1.8. EFECTOS ADVERSOS SOBRE LA SALUD HUMANA ⁽¹⁾

Los efectos adversos del cromo sobre la salud del ser humano dependen sobre todo del estado de valencia en el momento de exposición y de la solubilidad del compuesto de que se trate. Los compuestos de Cromo VI son fuertes agentes oxidantes, tienden a ser irritantes y corrosivos, son considerablemente más tóxicos que los compuestos de cromo III, si las dosis y la solubilidad son similares, además pueden a travesar más fácilmente las membranas celulares.

3.1.8.1 CROMO (III)

Es un nutriente esencial para el metabolismo de azúcares y grasas, potencia la acción de la insulina (es parte del factor de tolerancia de la glucosa), en adultos se recomienda una ingesta diaria de 500 y 200 µg de Cromo III. La exposición

prolongada a cantidades excesivas de cromo (III) puede desarrollar una sensibilidad al cromo que causa enrojecimiento de la piel y lesiones en esta. (1)

3.1.8.2 CROMO VI (1)

- **Ojos: conjuntivitis**, lagrimeo y dolor.
- **Piel:** el ácido crómico y sus sales son corrosivos para la piel, la lesión característica de la exposición son las úlceras penetrante y profunda, su curación es lenta, no producen dolor.
- **Sistema respiratorio:** la exposición prolongada a cantidades mayores de 2 mg/m³ puede causar irritación de la nariz, la inhalación por periodos cortos y con pequeñas cantidades de cromo VI no causa efectos adversos, a personas alérgicas al metal desencadena ataques de asma, entre otras enfermedades de la Vía respiratoria, hasta llegar a un cáncer del pulmón.
- **Tracto gastrointestinal:** la ingesta de grandes cantidades causa un cuadro gastrointestinal agudo con vómitos sanguinolentos, diarrea, sangre en las heces, colapso cardiovascular y la muerte, si el intoxicado sobrevive, los efectos posteriores pueden ser necrosis hepática y renal y al final conducir a la muerte.
- **Cáncer:** la larga exposición a derivados de cromo se asocian a cáncer de pulmón, que aparece tiempo después de que se ha cesado la exposición, el estado de oxidación +6, es cancerígeno.

Los efluentes que contienen alta carga orgánica, sulfuro y cromo merecen atención prioritaria dentro de un programa de minimización en curtiembres debido a su alta carga contaminante.(1)

Las aguas residuales cuando se descargan directamente a un cuerpo de agua ocasionan efectos negativos en la vida acuática y en los usos posteriores de estas aguas. Un cuerpo de agua contaminado disminuye el valor de su uso

como agua para bebida o para fines agrícolas e industriales, afecta la vida acuática y los peces mueren por disminución del oxígeno disuelto. Por otra parte, si su uso es indispensable, los costos de tratamiento se tornan muy altos⁽¹⁾

3.1.9 TOXICOCINÉTICA ⁽¹⁾

3.1.9.1 ABSORCIÓN: El cromo puede entrar al organismo humano por inhalación, ingestión y en menor medida por la absorción de la piel, en el caso de los trabajadores de textileras o curtiembres las vías más importantes son *inhalación y contacto dérmico*, los compuestos de Cromo VI se absorben más rápidamente que los de Cromo III, en lo que respecta a la ingestión se da por la tomar agua o comer alimentos absorbiéndose menos del 1% del cromo III y alrededor de 10% del cromo VI, el cual en vez de ser absorbido se transforma a Cromo III.

3.1.9.2 DISTRIBUCIÓN Y DEPÓSITO: La pequeña fracción de cromo que se absorbe en el intestino pasa a la sangre, el cromo III no pasa fácilmente las membranas celulares, si no que se une a la transferrina, el cromo VI pasa rápidamente a los eritrocitos en donde se convierte a cromo III.

3.1.9.3 EXCRECIÓN: ocurre principalmente a través de la orina en donde el 60% de Cromo VI es excretado por el riñón en las 8 horas siguientes, en forma de cromo III.

3.1.10 RIESGO PARA EL MEDIO AMBIENTE ⁽¹⁾

Los desechos de curtiembre contienen un número de constituyentes en cantidades variables y significativas, de acuerdo a la materia prima, proceso y producto final. Los materiales que pueden aparecer en los desechos de curtiembre, incluyen entre otros: pelo, pedazos de piel y carne, sangre, estiércol, sales, sal común, sales de cromo y sulfuros entre otros.

Después del proceso de curtido, se generan lodos si es que la curtiembre cuenta con planta de tratamiento. Cuando se depuran los efluentes líquidos se produce una gran cantidad de lodo residual, vale decir, aparece un nuevo residuo sólido, que anteriormente no existía por cuanto todos sus componentes eran evacuados en conjunto con el total del agua residual.

En general, los residuos de las curtiembres pueden causar problemas que representan efectos negativos sobre el ambiente. La disposición de los residuos líquidos y sólidos, así como las emisiones gaseosas sobre cuerpos de agua, suelo y aire, degradan la calidad de estos últimos ocasionando daños ambientales muchas veces irreversibles.

- **Efectos sobre cuerpos de agua.** Las aguas residuales cuando son descargadas directamente a un cuerpo de agua ocasionan efectos negativos en la vida acuática y en los usos posteriores de estas aguas. Fundamentalmente y en forma resumida, los componentes específicos que causan problemas en los cursos de agua son cromo, sulfuro y carga biológica.
- **Efectos sobre el alcantarillado y plantas de tratamiento de aguas residuales.** Los efluentes crudos de curtiembre o textileras son lanzados a una red de alcantarillado, provocan incrustaciones de carbonato de calcio y gran deposición de sólidos en las tuberías. La presencia de sulfuros y sulfatos también acelera el deterioro de materiales de concreto o cemento. Si la carga contaminante presenta sustancias tóxicas como el cromo, y es lanzada a una planta de tratamiento, puede interferir con el proceso biológico de la planta.
- **Efectos sobre el suelo.** El suelo tiene cierta capacidad para neutralizar la carga contaminante recibida. Consecuentemente, la descarga de un efluente

tratado puede ser beneficioso para la irrigación de un terreno agrícola. Sin embargo, los niveles de contaminación deben ser cuidadosamente controlados para evitar el daño de la estructura del suelo, y la consecuente disminución de la producción agrícola y aceleración de la erosión.

- **Efectos sobre la calidad del aire.** Materiales particulados y sulfuro de hidrógeno son las dos descargas gaseosas potenciales significativas. Los malos olores como consecuencia de inadecuadas o inexistentes prácticas de limpieza, también afectan la calidad del aire.

3.2 LAGO DE ILOPANGO ⁽³⁾

El lago de Ilopango es un lago de origen volcánico en El Salvador. Mide 8 x 11 km, tiene una superficie de 72 km² y una profundidad de 230 m. Se sitúa a una altitud de 440 msnm a 16 km de la ciudad San Salvador, entre los departamentos de San Salvador, Cuscatlán y La Paz. Es el lago natural más grande de El Salvador. Sus aguas con abundante pesca y propio para la navegación a vela o en embarcaciones de motor.

La caldera de Ilopango se formó como resultado de una erupción cataclísmica en el siglo 5 A. C., produciendo enormes flujos piroclásticos que destruyeron diferentes ciudades mayas..

Situado en una caldera volcánica se trata del lago natural más grande de El Salvador. De su masa de agua emergen las islas El Portillo, Cerro Los Patos, Chachagaste, Cerro Cutenama, y Los Cerritos. El lago drena sus aguas al río Jiboa. La vegetación de la cuenca es de bosque subcaducifolio de carácter secundario. Existe vegetación acuática y una buena representación de algas. Actualmente la cobertura vegetal en sus riberas se encuentra severamente alterada debido a la gran actividad humana que ejerce presión sobre el recurso pétreo, como también una intensa actividad agrícola, cuyos insumos

(fertilizantes, herbicidas y pesticidas) son arrastrados por las corrientes de aguas lluvias alterando la población de algas en el cuerpo de agua. Otro elemento que ha dañado la cobertura vegetal es el desarrollo de complejos turísticos y habitacionales en las riberas de dicho lago (2)



Figura N° 1 Mapa Topográfico del Lago de Ilopango

3.3 METODO CUANTITATIVO UTILIZADO PARA EL ANALISIS DE CROMO HEXAVALENTE.

3.3.1 FUNDAMENTO DEL METODO DE ABSORCION ATOMICA (6)

La absorción atómica es el proceso que ocurre cuando átomos de un elemento en estado fundamental absorben energía radiante a una longitud de onda específica y luego la pierden en forma de calor.

La muestra se vaporiza y se convierte en átomos libres, en un proceso denominado atomización. Sobre este vapor atómico que se origina se hace incidir la radiación electromagnética que será absorbida parcialmente por el analito.

Para determinados metales la absorción atómica presenta una sensibilidad superior a la emisión de llama. La cantidad de energía absorbida en la llama a una longitud de onda característica es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un intervalo de concentración limitado. La mayor parte de los instrumentos de absorción atómica están equipados para funcionar también en forma de emisión.

La sensibilidad de la espectrometría de absorción atómica de llama se define como la concentración de metal que produce una absorción de 1 por 100 (absorbancia de aproximadamente 0,0044). El límite de detección del instrumento se define aquí como la concentración que produce una absorción equivalente al doble de la magnitud de la fluctuación del fondo, tanto la sensibilidad como los límites de detección varían en cada instrumento, el elemento determinado, la complejidad de la matriz y la técnica seleccionada. El intervalo de concentración óptimo se extiende normalmente entre la concentración de varias veces la sensibilidad hasta la concentración a la cual la curva de calibración empieza a ser plana. Para conseguir mejores resultados conviene utilizar concentraciones de muestras y patrones dentro del intervalo óptimo de concentraciones del espectrómetro ⁽⁹⁾.

Tabla N°2 Intervalos de concentraciones medibles con atomización convencional. ⁽⁹⁾

Elemento	Cr
Longitud de Onda (nm)	357.9
Gases de la Llama	A -Ac (Aire - Acetileno)
Límite de detección del Instrumento	0.02
Sensibilidad (mg/L)	0.1
Margen Óptimo de Concentración (mg/L)	0.2 -10

El principio instrumental es similar al usado en otros métodos, la muestra a analizar se disocia en sus enlaces químicos, hasta quedar en su estado fundamental y gaseoso; es decir, en el nivel más bajo de excitación posible, proviene de una fuente adecuada se hace pasar por las muestras que se desean analizar, registrándose después, la cantidad de la luz absorbida por los átomos, por medio de un detector, esto se logra midiendo la cantidad de luz, antes y después de pasar a través de la muestras utilizada. ⁽⁴⁾

En la siguiente figura se muestra las partes importantes que debe de llevar un Espectrofotómetro de Absorción Atómica: ⁽⁴⁾

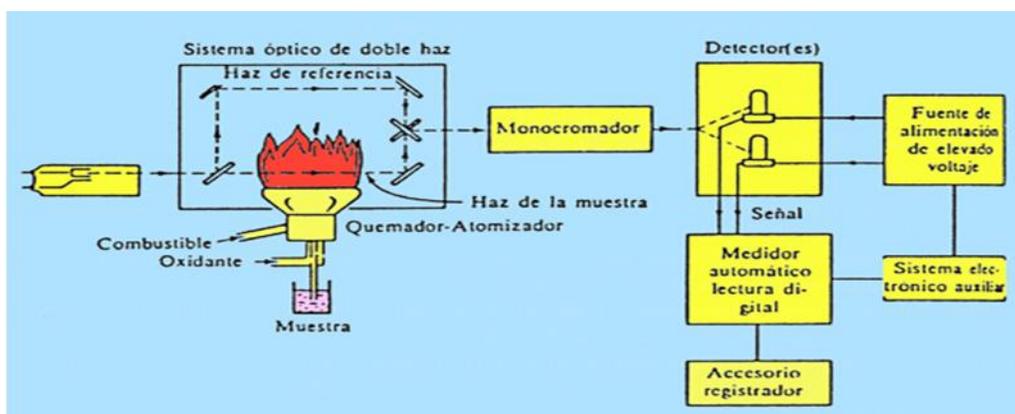


Figura N° 2 Componentes básicos de un Espectrofotómetro de AA

3.4 COMPONENTES BASICOS DE UN ESPECTROFOTOMETRO DE ABSORCION ATOMICA ⁽¹²⁾

1. FUENTE DE RADIACIÓN: es el encargado de emitir una línea espectral específica del elemento de interés, pues cada especie química es capaz, en condiciones adecuadas de absorber sus propias radiaciones, que es necesaria para efectuar una transición en los átomos del elemento a analizar. Una vez formado los átomos, la flama tiene la misma función que una celda en espectroscopia visible o ultravioleta, los átomos de la flama absorben radiación de acuerdo a la Ley de Beer. Las *fuentes de radiación* empleadas

en el espectrofotómetro de absorción atómica deben originar una banda estrecha, de intensidad adecuada y estabilidad suficiente, durante períodos de tiempo prolongados. Las más comúnmente utilizadas son las lámparas de cátodo hueco.

2. SISTEMA DE ATOMIZACIÓN O NEBULIZADOR: Suele estar integrados en uno, en este sistema la disolución de la muestra líquida es inicialmente aspirada y dirigida como una fina niebla hacia la llama (atomizador), donde se forman los átomos en estado fundamental, para obtener la llama se requiere un combustible (ej.: Acetileno) y un oxidante (ej.: Aire).

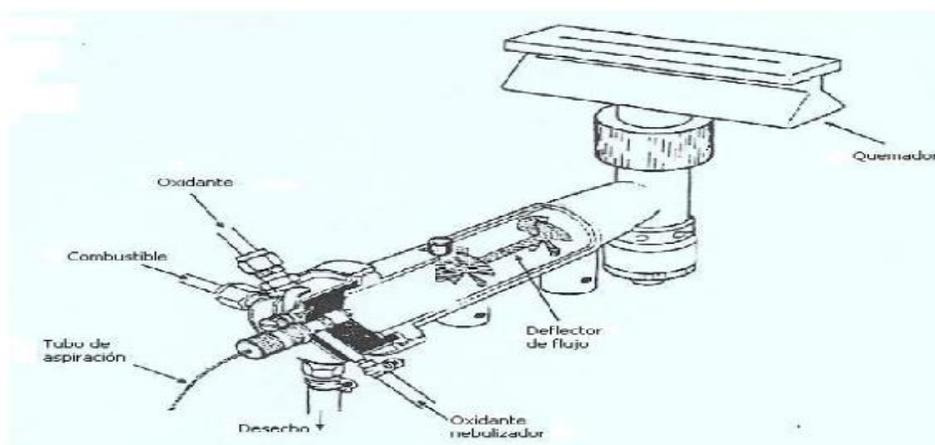


Figura N°3 Quemador – Nebulizador de un Espectrofotómetro de AA.

3. MONOCROMADOR: Permite seleccionar longitudes de onda que proceden de la emisión de la fuente, parte de la radiación no absorbida es dirigida hacia el detector. La única finalidad del monocromador es aislar la línea de medida del elemento de interés, la rendija deberá ser lo más estrecha posible, con objeto de reducir la cantidad de radiación emitida por la llama que llega al detector.

4. DETECTOR O TRASDUCTOR: acoplado con un sistema lector o de registro de los espectros. El detector universalmente usado en absorción atómica es el tubo fotomultiplicador. Cuya misión es transformar, en relación proporcional, las señales de intensidad de radiación electromagnéticas en señales eléctricas o de intensidad de corriente (unidades de absorbancia).

3.4.1. INTERFERENCIAS ^(9, 6)

Se considera la influencia de diversos factores sobre la absorbancia atómica del elemento a determinar y la forma de evitar dichos efectos:

- Espectrales: Son originadas, por señales alteradas de la longitud de onda de radiación electromagnética seleccionada. Tiene lugar cuando se produce absorción o emisión por una especie a la misma longitud de onda que el analito, o a una longitud de onda tan próxima que el monocromador no puede separar ambas señales.
- Físicas: Se deben a cambios en las propiedades físicas, tales como viscosidad, densidad, tensión superficial, etc., en la disolución del analito y en los patrones, los cuales pueden afectar al proceso de nebulización. Pueden evitarse procurando que las propiedades físicas y la matriz sea la misma en la muestra y en los patrones, también utilizando el método de adición estándar, o simplemente operando con disoluciones más diluidas.
- Químicas: Son aquellas en las cuales algún tipo de compuesto molecular está presente, o puede formarse en la llama (óxidos, hidróxidos, carburos o nitruros metálicos térmicamente estables), con la siguiente disminución de la población de átomos libres, también pueden ser interferencias aniones o elementos que pueden formar fosfato, silicato, aluminio, boro, etc. Estas se

pueden evitar aumentando la temperatura o empleando agentes liberadores (Lantano (La) o Estroncio (Sr)) o agente complejantes (EDTA).

3.4.2. Características de la Absorción Atómica ⁽⁶⁾

- Es un excelente método para la determinación de elementos a nivel de trazas.
- Está basado en la absorción de radiación electromagnética, cumpliéndose la Ley de Beer.
- La sensibilidad se define como la concentración en solución del elemento a determinar que origina una absorbancia de 0.004 (1% de absorción) unidades a la longitud de onda usada, respecto al disolvente (blanco).
- Limite de detección es la más baja concentración que estadísticamente puede distinguirse del cero (blanco).

3.5. Análisis de Muestras ⁽¹⁶⁾

El método que se implemento para analizar las muestras fue de los “mínimos cuadrados”, que consiste en la minimización de la suma de los cuadrados de las diferencias en las ordenadas en donde el modelo cometerá un errores (residuos) y es aplicable cuando se trata de un problema de aproximación lineal, y determina los valores de los parámetros m (pendiente) y b (intercepto) de la línea recta que mejor se ajusta a los datos experimentales⁽⁶⁾

Para comprobar si el modelo lineal se ajusta o no para estudiar la relación entre la Absorción y la Concentración de Cromo en el mes de septiembre se determino⁽⁶⁾

- La ecuación de la recta.
- Los parámetros de la pendiente (m),
- El intercepto (b)

- Coeficiente de determinación (r^2), de la línea de regresión o curva de calibración ajustada por el método de los mínimos cuadrados.

En un modelo lineal, la variable dependiente que se expresará con la letra **Y**, la variable independiente se denotarán con la letra **X**. Para verificar la validez del modelo lineal se utiliza el coeficiente de determinación r^2 (o el coeficiente de correlación r), que indica el grado de dependencia entre las variables **x** e **y**. Se Comparan los valores de “**y**” calculados y reales. Su valor puede variar entre 0 y 1 ⁽⁶⁾

El $r^2 = 1$, lo que nos indica que hay una correlación perfecta en la muestra, es decir, no hay diferencia entre el valor **y** calculado y el valor **y** real. ⁽⁶⁾

Si $r^2 = 0$, la ecuación de regresión no es útil para predecir un valor **y**. Es decir: no existe ninguna relación entre las variables. ⁽⁶⁾

La exactitud de la línea calculada depende del grado de dispersión de los datos. Cuanto más lineales sean los datos, más exacto será el modelo de regresión lineal.

CAPITULO IV
DISEÑO METODOLOGICO

4.0. DISEÑO METODOLÓGICO

4.1 Tipo de estudio:

El presente trabajo se clasifica como: Prospectivo y Experimental.

- **Prospectivo:** porque el trabajo desarrollado, servirá como un antecedente para futuras investigaciones y proyectos relacionados con la contaminación de lagos.
- **Experimental:** se determino la concentración del Cromo Hexavalente aplicando el método de absorción atómica realizado a muestras de agua del lago de Ilopango

4.2 Investigación bibliográfica:

Para ello se visitaron las bibliotecas de las siguientes Instituciones.

- Universidad de El Salvador; Biblioteca Central
- Universidad de El Salvador; biblioteca Dr. Benjamín Orozco, de la Facultad de Química y Farmacia.
- Universidad Centroamericana José Simeón Cañas (UCA), Biblioteca P. Florentino Idoate, S. J.
- Internet

4.3. Investigación de campo:

Se realizaron tres visitas al Lago de Ilopango:

- La primera visita consistió en la ubicación de la zona más apropiada para la realización de la toma de muestra de agua del Lago de Ilopango, procurando que esta se encontrara en dirección a las industrias textiles, curtiembre, pintura, etc., debido a que estas utilizan el cromo en sus procesos químicos

y a la vez se seleccionaron los cinco puntos para la toma de muestras, por lo cual la zona que resulto apropiada para la realización de nuestro proyecto fue en dirección con respecto a la Isla Cerro los Patos que se encuentra ubicada a una latitud de $13^{\circ}38'54.96''$ y una longitud de $89^{\circ}1'42.96''$.

- En la segunda visita se procedió a la primera recolección de las 10 muestras de agua en los 5 puntos previamente seleccionados y a dos diferentes profundidades (1.5 y 2 metros) durante el mes de Septiembre de 2013.
- La tercera visita correspondió a la segunda recolección de 10 muestras en los mismos 5 puntos previamente selecciones y a las mismas profundidades.
- **Universo:** Agua del lago de Ilopango
- **Muestra:** Dirigida a los cinco puntos previamente seleccionados para toma de muestra del lago de Ilopango en la Isla Cerro los Patos a una distancia de 5, 10, 25, 50 y 100 metros de la orilla, respectivamente a profundidades de 1.5 y 2 metros cada una en la zona seleccionada del lago de Ilopango.

4.4 PARTE EXPERIMENTAL ⁽⁹⁾

- INDICACIONES PARA LA TOMA DE MUESTRA:
Tomar la muestra en frascos limpios de plástico con capacidad de 1000 mililitros, con tapadera de rosca, previamente preparados (agregando a cada frasco limpio 2 mL de Acido nítrico concentrado). Conservar los frascos a menos de 10 °C. Después de añadir a cada frasco la muestra de agua, tomar el pH ($\text{pH} < 2$)
- TOMA DE MUESTRAS:
La toma de muestras se realizó en cinco puntos previamente seleccionados con respecto a la Isla Cerro los patos a 1.5 y 2 metros de profundidad.
- Para llegar a los puntos de muestreo seleccionado se utilizó como recurso una Lancha, ubicada en la zona turística del pueblo El Valle, la primera muestra se tomó a una distancia de 5 metros en dirección a la Isla Cerro los

Patos hacia la ribera del Lago, la segunda muestra se tomó a una distancia 10 metros, la tercer muestra se tomó a una distancia de 25 metros, la cuarta muestra se tomó a una distancia de 50 metros y la quinta muestra se tomó a una distancia de 100 metros.

Para hacer la toma de muestra se utilizó un instrumento elaborado artesanalmente, un bastón de madera con medidas de 1.5 metros y 2 metros (VER ANEXO N° 2) que facilitó tomar las muestras en los cinco puntos seleccionados.

Procedimiento para la toma de muestra:

1. se colocó el frasco en una canasta ensamblada a un bastón de madera, para tomar las muestras de agua. (VER ANEXO N° 2).
2. Se introdujo el frasco en el agua del lago y en los puntos de muestreo que se seleccionaron en la primera visita,
3. Se ambiente el frasco con la muestra (se tomó una porción de agua y se hicieron varios movimientos para que el agua llegara a todas las partes del frasco luego se descartó el agua) antes de realizar la primera muestra.
4. Luego se procedió a tomar las muestras a profundidades de 1.5 metro y 2 metros de profundidad.
5. Se traslado la muestra del frasco al recipiente previamente preparado con 2 mL de Acido Nítrico concentrado.
6. Se tomo el pH, con papel Tornasol ($\text{pH} < 2$),
7. Tapar el recipiente inmediatamente,
8. Se identificó la muestra y su duplicado con fecha, hora y número de muestra.
9. Se repitió el mismo procedimiento para los cuatro puntos restantes con sus respectivos duplicados.

10. Se almacenaron los recipientes en una hielera a una temperatura de 10°C (NO CONGELAR LA MUESTRA).

11. Las muestras se llevaron al Laboratorio central Dr. Max Bloch del Ministerio de Salud (MINSAL) antes de cumplir las 12 horas, desde la toma de muestras. ⁽⁹⁾

NOTA: este mismo procedimiento se aplicó al segundo muestreo tomado el segundo fin de semana del mes de septiembre de 2013.

4.5 ANALISIS

Método Espectrometría de Absorción Atómica ⁽¹³⁾

Principio: El método se basa en la medición espectrofotométrica de absorción atómica para la medición del contenido de cromo en una muestra acidificada con llama de óxido nitroso/acetileno. La medición se realizará a una longitud de onda de 357,9 nm. Se adiciona lantano para evitar las interferencias en la matriz.

Equipo: Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer AAnalyst Modelo AA800 que incorpora todos los componentes del horno, de llama y de grafito en un solo instrumento, además es un equipo que está diseñado para la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, estroncio, estaño, hierro, iridio, litio, magnesio, manganeso, níquel, oro, paladio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, sodio, talio, y zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de aguas).

Características técnicas:

- Fotómetro: sistema óptico de un solo haz.
- Monocromador: Diseño con accionamiento motorizado para la selección de longitud de onda automática.

- Rango de longitud de onda: 190-870 nm. Red de difracción 1800 líneas / mm ardió a 236 nm y 597 nm. Área Rejas: 64 x 72 mm. Dispersión lineal recíproca: 1,6 nm/mm (nominal). Distancia focal: 267 mm. Anchos de banda espectrales: 0,2, 0,7 y 2,0 nm, de doble altura;
- Detector: Amplio rango segmentado, de bajo ruido, amplificador.
- Lámpara: lámparas de cátodo hueco (depende del elemento que se vaya a analizar).
- Gas: sistema con aire – acetileno y óxido nitroso-acetileno. El flujo del gas interno 0 ml/min (parada de gas), 50 ml/min (mini-flujo), y 250 ml/min (flujo completo)
- Sistema de quemador: cuenta con un nebulizador resistente.
- Horno de grafito: La fuente de poder del horno de grafito está integrado y el magneto Zeeman opera desde un fuente de poder dedicada sencilla de 230 volts (+ 5%, - 10%), 30 amp, 50 o 60 Hz, y una fase capaz de proporcionar 7.7 kW de potencia pico.

Calibración ⁽⁹⁾ Se fijó el instrumento de acuerdo a las instrucciones del fabricante (= 357,9 nm) utilizando una llama de oxido nitroso/acetileno. Se aspira una solución de calibración y se optimiza. La altura del mechero y las condiciones de la llama, se ajusta la respuesta del instrumento a absorbancia cero con el agua. Se aspira el conjunto de soluciones de calibración y la solución blanco. Se hace una gráfica que tenga las concentraciones de cromo de las soluciones de calibración en miligramos por litro, como la variable “X” y los correspondientes valores de absorbancia como ordenada.

FUNCIONAMIENTO DEL EQUIPO ⁽¹³⁾

1. Encender el equipo y conectar la lámpara de cátodo hueco para Cromo que se va a determinar.

2. Alinear la lámpara hasta obtener la máxima energía.
3. Seleccionar el ancho de banda espectral óptimo para el cromo hexavalente.
4. Seleccionar la longitud de onda para este caso a 357,9 nm (recomendado en la APHA) ⁽⁹⁾.
5. Optimizar la longitud de onda ajustándola hasta obtener la máxima energía.
6. Esperar de 10 min a 20 min para que se estabilice el equipo, una vez encendida la lámpara.
7. Conectar el acetileno, ajustar la velocidad de flujo al vapor especificado y enciéndose la llama, dejar estabilizar la llama unos cuantos minutos.
8. Ajustar las condiciones de la flama aire-acetileno (de acuerdo a las indicaciones del fabricante).
9. Encender la flama. Permitir que el sistema alcance el equilibrio de temperatura.
10. Aspirar un blanco (matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes y proporciones usadas en el procesamiento de la muestra).
11. Poner en cero el instrumento.
12. Aspirar una disolución estándar de Cromo, ajustar la velocidad de flujo del nebulizador hasta obtener la máxima sensibilidad.
13. Ajustar el mechero (quemador) en vertical y horizontalmente para obtener una respuesta máxima.
14. Aspirar nuevamente el blanco y volver a poner el instrumento a cero.
15. Aspirar el siguiente patrón al medio del intervalo lineal.
16. Realizar la curva de calibración con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para Cromo, El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal.
17. El instrumento está listo para funcionar.

18. Cuando se terminen los análisis, apagar la llama, desconectando primero el acetileno y después el aire.

ESTANDARIZACIÓN: ⁽⁹⁾

1. Seleccionar al menos cuatro diluciones de la solución patrón de cromo, para establecer límites para la concentración esperada del metal de una muestra.
2. Aspirar cada patrón sucesivamente en la llama y registrar la absorbancia
3. Hacer aspirar un blanco y poner a cero el Equipo.
4. Preparar una curva de calibración trasladando a un papel de grafica lineal la absorbancia de los patrones en función de sus concentraciones [Nota: este paso no es necesario en instrumentos equipados con lectura directa de las concentraciones]
5. Trazar una curva de calibración para Cromo (Cr) con la concentración original del patrón antes de la adición de H_2O_2 (el H_2O_2 se le agrega después de trazar la curva de calibración).

CAPITULO V
RESULTADOS Y DISCUSION DE RESULTADOS

5.2. ANÁLISIS DE MUESTRAS

Se elaboró la curva de calibración de Cromo para las muestras tomadas en el Mes de Septiembre de 2013, tomando en cuenta lo descrito en la APHA ⁽⁹⁾. Se emplearon estándares de Cromo a las concentraciones de 4, 10, 20 y 40 ppm.

Cuadro N° 2: Lecturas de Absorbancia de los Estándares de Cromo.

ST	Concentración (ppm)	Absorbancia
1	4.00	0.1002
2	10.00	0.2418
3	20.00	0.4522
4	40.00	0.8520

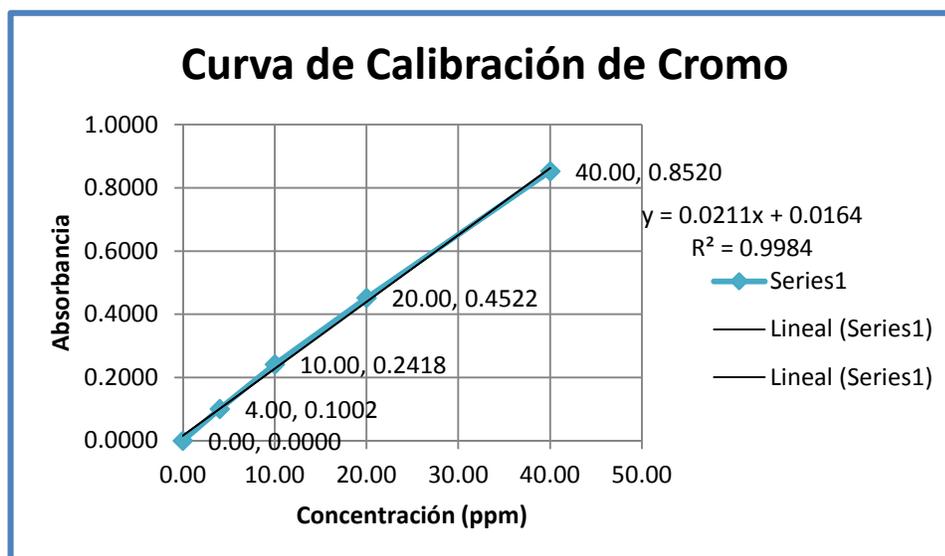


Figura N° 5 Curva de calibración de Concentración vrs Absorbancia de Cromo

La recta lineal obtenida en la curva de los estándares permite obtener los intervalos de concentración que presentarán una relación lineal entre Absorbancia y Concentración de Cromo. Lo que expresa la grafica es que el comportamiento está en función de la concentración del analito.

Cuadro N° 3: Resultados del contenido de Cromo hexavalente o Total en los análisis de las muestra de Agua del Lago de Ilopango.

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	Lectura de Concentración de Mx (ppm)	Absorbancia de las Muestras
PRIMER MUESTREO			
1	518A	0.000203	0.0044
2	518B	0.000203	0.0044
3	519A	0.000203	0.0044
4	519B	0.000203	0.0044
5	520A	0.000203	0.0044
6	520B	0.000203	0.0044
7	521A	0.000203	0.0044
8	521B	0.000203	0.0044
9	522A	0.000203	0.0044
10	522B	0.000203	0.0044
SEGUNDO MUESTREO			
11	546A	0.000203	0.0044
12	546B	0.000203	0.0044
13	547A	0.000203	0.0044
14	547B	0.000203	0.0044
15	548A	0.000203	0.0044
16	548B	0.000203	0.0044
17	549A	0.000203	0.0044
18	549B	0.000203	0.0044
19	550A	0.000203	0.0044
20	550B	0.000203	0.0044

Como observamos en el cuadro las lecturas de las 20 muestras en ambas toma de muestras presentaron una concentración de 0.00203 mg/L (o ppm) con una Absorbancia de 0.0044, debido a este resultado el analista preparo como mínimo 4 niveles de concentraciones partiendo de la solución de referencia. ⁽¹⁶⁾

Se procedió a la preparación de muestras fortificadas con estándar, teniendo el cuidado de mantener constante la cantidad de muestra, las cuales se preparan utilizando la mitad de la muestra analítica que originalmente requiere el método y se adiciona el analito, hasta completar lo que represente el 100% de éste en

la muestra y se debe analizar la muestra para determinar el contenido del analito ⁽¹⁶⁾

Las muestras fortificadas se analizaron por el mismo analista bajo las mismas condiciones utilizando como referencia el estándar de cromo. Se midió la respuesta analítica bajo las mismas condiciones de medición y se reporto la relación entre Concentración vs. Absorbancia. ⁽¹⁶⁾

Criterios de aceptación ⁽¹⁶⁾

Cantidad adicionada vs. Señal obtenida

r^2 0.95 (definido por el laboratorio dependerá del tipo de análisis y del nivel de concentración del analito en la matriz.)

Además hay dos parámetros importantes para el Analista conocidos como “Límite de Detección y Límite de Cuantificación”, que se relacionan con la cantidad de analito requerida para dar un resultado significativo, cualitativo o cuantitativo. Un resultado "positivo" no es suficiente para que el analista considere detectado un analito. Se precisa conocer el límite de detección en las condiciones del método; de lo contrario se puede incurrir en un falso positivo: que supone que el analito esté presente en la muestra cuando de hecho no lo está. El límite de Cuantificación es un término cuantitativo (menor cantidad medible) mientras que el límite de detección es cualitativo (menor cantidad detectable). Numéricamente es mayor el límite de Cuantificación y representa la menor cantidad de analito que puede analizarse con un % de Coeficiente de Variación y de Recuperación aceptables, Las concentraciones menores pueden detectarse pero no cuantificarse ⁽¹⁶⁾

Cuadro N° 4: Resultados de muestras fortificadas con Estándar de Cromo

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	ST	Fortificación de Mx con ST (ppm)	Absorbancia de las Muestras Fortificadas con ST
1	518A	50	0.01447	0.0307
2	518B	50	0.01447	0.0307
3	519A	50	0.01447	0.0307
4	519B	50	0.01447	0.0307
5	520A	50	0.01447	0.0307
6	520B	100	0.02939	0.0623
7	521A	100	0.02939	0.0623
8	521B	100	0.02939	0.0623
9	522A	100	0.02939	0.0623
10	522B	100	0.02939	0.0623
11	546A	200	0.04205	0.089
12	546B	200	0.04205	0.089
13	547A	200	0.04205	0.089
14	547B	200	0.04205	0.089
15	548A	200	0.04205	0.089
16	548B	400	0.2671	0.5647
17	549A	400	0.2671	0.5647
18	549B	400	0.2671	0.5647
19	550A	400	0.2671	0.5647
20	550B	400	0.2671	0.5647

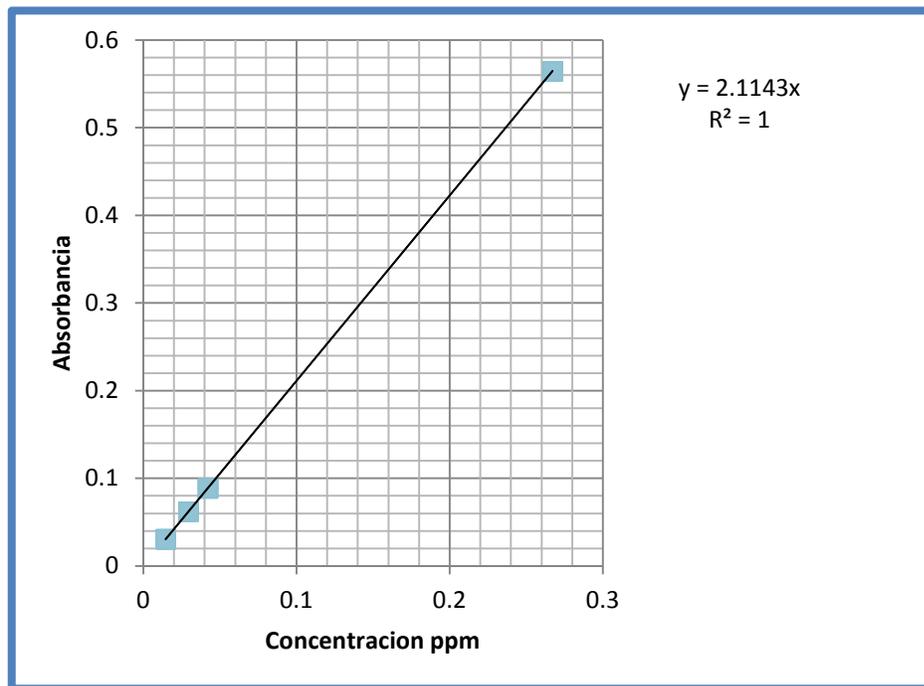


Figura N°6 Grafica de la Curva de Regresión de Cromo Hexavalente en muestras fortificadas con estándar en el Mes de septiembre 2013.

El método que se implemento para analizar las muestras fue de los **mínimos cuadrados**, que consiste en la minimización de la suma de los cuadrados de las diferencias en las ordenadas en donde el modelo cometerá un errores (residuos) y es aplicable cuando se trata de un problema de aproximación lineal, y determina los valores de los parámetros **m (pendiente)** y **b (intercepto)** de la línea recta que mejor se ajusta a los datos experimentales ⁽¹⁶⁾

Para comprobar si el modelo lineal se ajusta o no para estudiar la relación entre la Absorción y la Concentración de Cromo en el mes de septiembre se determino ⁽⁶⁾:

- La ecuación de la recta.
- Los parámetros de la pendiente (**m**),
- El intercepto (**b**)

Coeficiente de determinación (r^2), de la línea de regresión o curva de calibración ajustada por el método de los **mínimos cuadrados**.

Los cálculos se realizaron y analizaron utilizando Microsoft Office Excel 2007, obteniéndose los siguientes resultados:

$r^2 = 1$, el cual nos indica que no hay diferencia entre el valor **y** calculado y el real, el intercepto (**b=0**) y la pendiente (**m=2.114**), de acuerdo con estos datos la ecuación obtenida es:

$$Y = 2.114X + 0$$

Sustituyendo **Y** en la ecuación de la grafica y despejando **X** para obtener la concentración de las muestras:

$$X = \frac{0 \text{ ppm}}{2.114}$$

$$X = 0 \text{ ppm de Cr}$$

Este resultado nos indica que no hay presencia de Cromo en las muestras de Agua del Lago de Ilopango.

5.3. COMPARACION DE LOS RESULTADOS DE LOS ANALISIS

Cuadro N°5: Comparación de Muestras Fortificadas con Estándares.

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	ST	Fortificación de Mx con ST (ppm)	Concentración de ST
1	518A	50	0.01447	0.01447
2	518B	50	0.01447	0.01447
3	519A	50	0.01447	0.01447
4	519B	50	0.01447	0.01447

Cuadro N° 5 (continuación)

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	ST	Fortificación de Mx con ST (ppm)	Concentración de ST
5	520A	50	0.01447	0.01447
6	520B	100	0.02939	0.02939
7	521A	100	0.02939	0.02939
8	521B	100	0.02939	0.02939
9	522A	100	0.02939	0.02939
10	522B	100	0.02939	0.02939
11	546A	200	0.04205	0.04205
12	546B	200	0.04205	0.04205
13	547A	200	0.04205	0.04205
14	547B	200	0.04205	0.04205
15	548A	200	0.04205	0.04205
16	548B	400	0.2671	0.2671
17	549A	400	0.2671	0.2671
18	549B	400	0.2671	0.2671
19	550A	400	0.2671	0.2671
20	550B	400	0.2671	0.2671

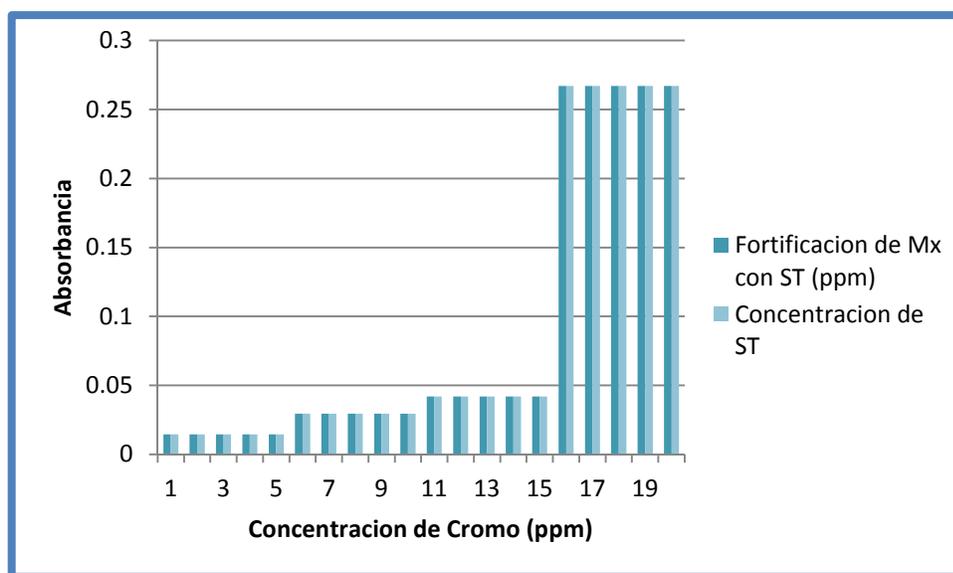


Figura N° 7 Grafica de Comparación de Resultados de Concentración de Estándar vrs Muestras fortificadas con Estándares.

Los resultados obtenidos de Cromo hexavalente según la Normativa Mexicana NMX-AA-051-SCFI-2001 ⁽¹⁵⁾ “Análisis de agua- Determinación de metales por Absorción Atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas”⁽⁴⁾ el cromo hexavalente también puede evaluarse analíticamente como cromo total siempre que cumpla con los valores establecidos por la Norma (0.5 ppm), son menores de 0.05 ppm cuyo valor puede determinarse en el Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer Modelo AA800, como se puede apreciar en la Figura N° 6, donde la muestra se fortifico con una cantidad conocida de estándar de cromo en una proporción de 50, 100, 200 y 400 ppm, se procedió a la lectura de las muestras, con el objetivo de demostrar que el analito “original” (que es el que se encuentra formando parte de la muestra en su forma original) serán recuperados en la misma extensión que los analitos que han sido añadidos a la muestra mediante la fortificación. ⁽¹⁶⁾

Esto es debido a que el comportamiento químico del analito fortificado en la matriz puede no ser el mismo que el de los analitos originales, la unión a la matriz puede ser también diferentes.

5.4. COMPARACION DE RESULTADOS CON LA NORMA OFICIAL MEXICANA NMX-AA-051-SCFI-2001⁽¹⁵⁾

Cuadro N°6: Comparación de los resultados de las muestras del Lago de Ilopango con la Norma Oficial Mexicana.

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	Resultados de Concentración de Cromo hexavalente en Muestras	Limite permisible por la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-051-SCFI-2001 (ppm)
PRIMER MUESTREO			
1	518A	< 0.0005	0.5
2	518B	< 0.0005	0.5
3	519A	< 0.0005	0.5
4	519B	< 0.0005	0.5
5	520A	< 0.0005	0.5

Cuadro N° 6 (continuación)

No. Muestras	Codificación del Laboratorio	Resultados de Concentración de Cromo hexavalente en Muestras	Limite permisible por la Norma Oficial Mexicana NMX-AA-051-SCFI-2001 (ppm)
6	520B	< 0.0005	0.5
7	521A	< 0.0005	0.5
8	521B	< 0.0005	0.5
9	522A	< 0.0005	0.5
10	522B	< 0.0005	0.5
SEGUNDO MUESTREO			
11	546A	< 0.0005	0.5
12	546B	< 0.0005	0.5
13	547A	< 0.0005	0.5
14	547B	< 0.0005	0.5
15	548A	< 0.0005	0.5
16	548B	< 0.0005	0.5
17	549A	< 0.0005	0.5
18	549B	< 0.0005	0.5
19	550A	< 0.0005	0.5
20	550B	< 0.0005	0.5

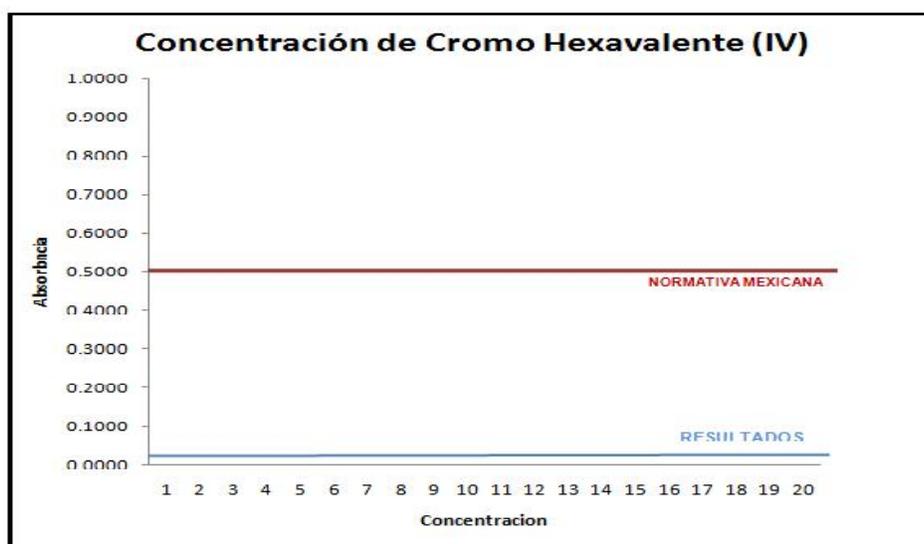


Figura N° 8 Comparación de los resultados de las muestras de agua del Lago de Ilopango con la Norma Oficial Mexicana (4)

Los resultados obtenidos indican que la concentración de Cromo Hexavalente se encuentra por debajo del límite máximo permisible según la Ley de Aguas del Distrito Federal de México **NMX-AA-051-SCFI-2001** “Análisis de agua- Determinación de metales por Absorción Atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas”⁽⁴⁾. Estos resultados pueden deberse a que algunas de las Industrias de Textileras, de pintura, curtiembres y otros productos, probablemente están tratando sus aguas antes de desecharlas, que según estudios anteriores de la Universidad José Simeón Cañas UCA, determinaron que una empresa de la zona textileras cercana al Lago de Ilopango cuenta con una planta moderna de tratamiento para aguas.

CAPITULO VI
CONCLUSIONES

6.0. CONCLUSIONES

- 1- El Método de Absorción Atómica que se empleo para la determinación de cromo hexavalente en muestras de aguas procedentes del Lago de Ilopango es el método más adecuado, pues debido a que los resultados de concentración obtenidos en el estudio son relativamente bajos ($<0,0005$ mg/L), pero al hacer el razonamiento estadístico se obtuvo un coeficiente de determinación r^2 igual a 1 que nos indica que hay una correlación perfecta en la muestra, por lo tanto se ajusta al propósito para el cual fue elegido.
- 2- La selección de los puntos que se establecieron para la toma de muestra se consideraron en base a los siguientes aspectos: ser una zona representativa, susceptible a la contaminación Industrial, densamente poblada y con alcantarillado insuficiente, por lo cual se tomó la decisión que la zona que cumplía con estas características y la más ideal es en orientación a la zona noroeste con respecto a la Isla Cerro los Patos.
- 3- La concentración de Cromo Hexavalente obtenida en los análisis de las muestras de las aguas del Lago de Ilopango tomadas durante el mes de Septiembre del año 2013 no presento concentraciones significativas (< 0.0005 mg/L), por lo que podemos decir que los resultados están debajo del límite permisible que según la Norma de México NMX-AA-051-SCFI-2001 “Análisis de agua- Determinación de metales por Absorción Atómica en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas” es de 0.5 ppm⁽⁴⁾.
- 4- El resultado del análisis fue de < 0.0005 mg/L de Cromo total para las 20 muestras tomadas, este resultado puede deberse probablemente a los

componentes de origen natural del Lago y al proceso de renovación de sus aguas. En este proceso los nutrientes y otros elementos provenientes del fondo del lago son inyectados a las capas de agua más superficiales. Cuando el proceso finaliza estos elementos vuelven a sedimentarse.

- 5- Las Industrias que se encuentran alrededor del Lago de Ilopango, probablemente están implementando un tratamiento previo a sus aguas después de ser utilizadas en los procesos industriales, antes de desecharlas, para minimizar la contaminación del Lago de Ilopango.

CAPITULO VII
RECOMENDACIONES

8.0. RECOMENDACIONES

1. Que la entidad competente de El Salvador imparta Jornadas en las Industrias textiles, de pintura, curtiembre y otros productos que utilizan el Cromo como mordiente en sus procesos químicos, concientización ambiental pues estos pueden provocar una gran variedad de impactos medioambientales y toxicológicos, debido a la complejidad y a la gama de productos químicos.
2. Que las industrias que emplee Cromo en sus procesos, deben de impartir capacitaciones de Seguridad e Higiene ocupacional a sus empleados para un mejor manejo de este tipo de reactivo, debido a que al tener una exposición durante cortos períodos de tiempo a altas concentraciones puede producir alteraciones a la salud humana y a largo plazo un daño en los riñones y en el hígado y hasta cáncer.
3. Que el Ministerio de Medio Ambiente y Recursos Naturales (MARN) y Ministerio de Salud (MINSAL) realicen convenios con otros países que cuenten con la tecnología idónea, como por ejemplo Estados Unidos de América u organizaciones dedicadas a proteger la salud pública (por ejemplo la EPA, OSHA, FDA, ASTDR y NIOSH) para ejecutar capacitaciones que estimulen a las empresas a contar con áreas más adecuadas que protejan la salud de sus empleados y del medio ambiente.
4. Que el Ministerio del Medio Ambiente y recursos naturales (MARN) monitoree periódicamente los niveles de concentración de Cromo, en las plantas de tratamiento de las empresas que cuenten con ella, en los

tanques de almacenamiento, canaletas donde se vierte el agua residual y el Lago de Ilopango a diferentes profundidades para descartar niveles excesivos.

5. Que las Industrias implementen una metodología para cada operación de procesamiento textil u otro tipo de producto que lleve en su proceso cromo y se identifique cuidadosamente cada una de las fuentes de residuos. Esto probablemente se puede lograr mediante un control y reconocimiento de los potenciales contaminantes contenidos en los análisis del proceso.
6. Que las Industrias de textilería, pintura y curtiembre implementen mecanismos de prevención de contaminación (reducción en la fuente) que han sido utilizadas con éxito como la modificación del proceso, el uso de métodos alternativos, la conservación de los compuestos químicos y del agua, el tamizado y sustitución de compuestos químicos

BIBLIOGRAFIA

1. Albert L., et al. Cromo, ECO Introducción a la toxicología ambiental, Metepec, 1997, 227-246p.
2. Barrientos, K.; Sermeño, L. Determinación de Plomo en diferentes marcas de labiales en barra por el método de Absorción Atómica con llama y emisión atómica con plasma inductivo. [Trabajo de Grado]. El Salvador: Universidad de El Salvador. Facultad de Química y Farmacia. Junio 2010. 40-44 p.
3. Biólogos de El Salvador. El Salvador: Humedales de El Salvador. Blogger.com. Viernes 24 de julio de 2009. Acceso 06 de octubre de 2012. Disponible en:
<http://humedalesdeelsalvador.blogspot.com/2009/07/lago-de-ilopango.html>
4. Bonilla, E. Recolección de los Métodos de Muestreo para Análisis Físicoquímico de Aguas. [Tesis]. El Salvador. Universidad de El Salvador. Facultad de Química y Farmacia. Noviembre 2004. 38, 39 y 54 p.
5. CEPIS (Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente). 1995. Perú. "Análisis de metales en agua potable y residual por espectrofotometría de absorción atómica" [artículo de Internet]:
<http://www.bvsde.paho.org/bvsacg/fulltext/a|3dc13qa1nalysis.pdf>
[Consultado: 12 diciembre de 2012]
6. Cerón, C.; Ramírez, V. Determinación de Plomo en rubores faciales en polvos compactos por el Método de Absorción Atómica con Llama y Emisión Atómica con Plasma Inductivo. [Tesis]. San Salvador: Universidad de El Salvador. Facultad de Química y Farmacia. 2009. 32-33 p.
7. Chávez, F.; Cañas, C. (1999). Situación ambiental de la industria en El Salvador, Proyecto Gestión Ambiental en la Pequeña y Mediana

- Industria de América Central (GESTA). [Trabajo de practica] San Salvador. Universidad José Simeón Cañas (UCA).
8. CONACYT Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, NSO 13.49.01:09. *Agua. Agua Residuales Descargadas a un Cuerpo Receptor*. El Salvador: CONACYT. Octubre 1996. [artículo de Internet] <http://www.infoq.org.sv/dbnormas/NSO%2013.49.01.09.pdf>. [Consulta: 11 de febrero de 2012].
 9. Conagua, “Norma Mexicana del Distrito Federal NMX-AA-051-SCFI-2001 Análisis de Agua, determinación de metales por Absorción Atómica en Aguas Naturales, Potables, Residuales y Residuales Tratadas – Método de Prueba” 2011. [artículo de Internet]. <http://www.conagua.gob.mx/CONAGUA07/Noticias/NMX-AA-051-SCFI-2001.pdf> [Consulta: 27 de diciembre de 2013].
 10. Cuellar, N.; Herman, R. La Contaminación del Agua en El Salvador: Desafíos y Respuestas Institucionales, Publicaciones PRISMA No 42 al 45. 2001. [artículo de Internet]: www.bvsde.paho.org/bvsacg/fulltext/gestagua.pdf, [Consulta: 24 de Agosto de 2012]
 11. Easton, A, Clesceri, L, Greenberg, A. Métodos Normalizados para Análisis de Aguas Potables y Residuales (APHA- AWWA- WPCF). 1995. Estados Unidos de América. 3111-C, 3500- Cr B. 3-9, 3-11, 3-12, 3-13, 3-14, 3-15, 3-16, 3-17, 3-18, 3-19,3-21, 3-22, 3-23, 3-24,3-25 p.
 12. Halla, W. Química analítica, tomo II análisis cuantitativo. México. 190-196, 489-490, 648-649, 689, 690 p.
 13. Mijayloval, P.; Cardoso, L.; Ramírez, E., Tratamiento de efluentes del proceso de curtido al cromo, Asociación Peruana de Ingeniería Sanitaria y Ambiental; AIDIS. Gestión ambiental en el siglo XXI. Lima, APIS, 1998, 1-21 p. [artículo de Internet]:

<http://www.bvsde.paho.org/bvsaidis/aresidua/peru/mextar016.pdf>,
[consulta: 10 de septiembre de 2012]

14. Moure, A; Pérez, F; González, J; Muñoz, M, Hublard, M. “Espectroscopia de Absorción atómica”, 2004. [artículo de Internet]: http://www.xtec.cat/~gjimene2/licencia/students/bscw.gmd.de_bscw_bscw.cgi_d328171163_____AAS_final.html#Espectrofotometr%C3%ADa%20de%20absorci%C3%B3n%20at%C3%B3mica. [Consulta: 24 de agosto de 2012]

15. OSA Organismo Salvadoreño de Acreditación, “Sistema de Gestión de Calidad G.9.6. VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FÍSICOQUÍMICOS, Octubre 2010. [artículo de internet]: http://www.osa.gob.sv/index.php?option=com_jdownloads&Itemid=214&view=finish&cid=41&catid=1. [Consulta: 04 de febrero de 2014]

16. Skoog, D., Holler, J; PRINCIPIOS DE ANÁLISIS INSTRUMENTAL, 5° ed.; Ed. McGraw-Hill (1998). (Lectura N° 9 Disponible en http://www.ancap.com.uy/docs_concursos/ARCHIVOS/LLAMADOS%20FINALIZADOS/REF%2022_2011%20TECNICO%20LABORATORIO%20LUBRICANTES/MATERIAL%20DE%20ESTUDIO/ESPECTROMETRIA.PDF)

17. Tancioni, A; Bruno, M; García, B; Bianchi, L, Álvarez, J. “Método de Remediación natural para completar la depuración de Efluentes Industriales Contaminados con Cromo VI.”. Punta del Este. [artículo de Internet]. www.bvsde.paho.org/bvsaidis/uruguay30/AR04575_Tancioni.pdf [Consulta: 24 de agosto de 2012]

18. Travelingluck Ubicación Geográfica de Lago de Ilopango [Mapa Topográfico]. Consultado: 09-03-2011. Disponible en:

http://travelingluck.com/North+America/El+Salvador/La+Paz/_3810471_Isla+Cerro+Los+Patos.html).

19. Walpole, R. Myers, R. Myers, S. Probabilidad y estadística para ingenieros. Estados Unidos de América. Prentice-Hall Hispanoamericana, S. A. 1999.358-363 p.

GLOSARIO ⁽¹⁵⁾

- **Aguas naturales:** Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta residual y superficial
- **Análisis de blanco analítico:** Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real. Los laboratorios deben realizar los análisis de blancos para corregir la señal de fondo del sistema de medición.
- **Blanco:** Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.
- **Calibración:** Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.
- **Disolución estándar:** Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.
- **Descarga:** Acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

- **Fortificación:** Es la adición de una cantidad de analito de interés, sobre una muestra problema. La cantidad añadida puede ser conocida dependiendo de la aplicación.
- **Límite de cuantificación del instrumento:** Concentración mínima del analito en una muestra y que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.
- **Límite de detección del instrumento:** Concentración mínima del analito en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.
- **Límite de cuantificación del método (LCM):** Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.
- **Límite de detección del método (LDM):** Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.
- **Límite máximo permisible:** Valor o intervalo expresado en unidades de concentración, cantidad de materia o unidades específicas, asignado a un parámetro, el cual no debe ser excedido en la descarga de aguas residuales. Estos valores están consignados en los criterios ecológicos para uso o aprovechamiento del agua.

- **Linealidad:** Define la habilidad del método para obtener resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito.
- **Método de mínimos cuadrados:** Es el método que nos permite encontrar la ecuación de una recta a partir de los datos experimentales.
- **Rango o intervalo:** Se define como el intervalo entre la concentración superior e inferior para las cuales se ha demostrado la correcta precisión, exactitud y linealidad del método. (Validación de métodos analíticos)

ANEXOS

ANEXO N° 1

PREPARACION DE REACTIVOS

ANEXO N° 1 ⁽⁹⁾

PREPARACION DE REACTIVOS

REACTIVOS:

Todos los reactivos deben tener un grado analítico (AR) reconocido.

- *Agua desionizada o agua destilada:* que se usara para las determinaciones en blanco y para preparar reactivos y soluciones estándar deberán tener un contenido de cromo que sea despreciable en comparación con las concentraciones más pequeñas por determinar en las muestras.
- *Acido clorhídrico:* $\rho = 1.18$ g/mL, pureza 98% p/p
- *Acido nítrico:* $\rho = 1.42$ g/mL, pureza 98% p/p
- *Peróxido de hidrógeno:* solución al 30 %, (p/p).
- *Oxido de lantano (LaO₃)*

ESPECIFICACIONES DEL OXIDO DE LANTANO

- Formula: LaO₃
- Peso Molecular: 325.82 g/mol.
- Densidad: 6.51 g/cm³ (20 °C)
- Porcentaje de pureza: 100%.

PREPARACION DE UNA SOLUCION DE OXIDO DE LANTANO:

1. Pesar en balanza analítica un beaker de vidrio de 250 mL de capacidad, 20 g de oxido de lantano (La₂O₃),
2. Preparar un baño de hielo y colocar el beaker con los 20 gramos de oxido de lantano.
3. Agregar 200 mL de ácido clorhídrico (HCl) concentrado y disolver.
4. Transferir la solución a un balón volumétrico de 1000 mL y llevar a aforo con agua destilada.

5. Tapar, Homogenizar, envasar, etiquetar, almacenar.

PRECAUCIÓN: Cuando se prepara esta solución, la reacción de La_2O_3 con I es fuertemente exotérmica.

ESPECIFICACIONES DE DICROMATO DE POTASIO

- Formula: $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.
- Peso molecular: 294.19 g/mol.
- Peso atómico: 51.992
- Densidad: 2.69 g/cm^3 (20 °C)
- Porcentaje de pureza: 100%.

PREPARACION DE UNA SOLUCION DE DICROMATO DE POTASIO QUE CONTENGA $1 \times 10^{-3} \text{ g/mL}$ DE CROMO:

1. Secar una porción de dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) a $105 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$ por 2 h previamente pesado.
2. Pesar en balanza analítica 2.828 gramos de Dicromato de potasio ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), previamente secado (Ver Cálculos de Dicromato de Potasio).
3. Transferir a un beaker de 250 mL de capacidad.
4. Añadir 100 mL de Agua destilada, agitar hasta completa disolución.
5. Transferir a un balón volumétrico de 1000 mL y llevar a volumen con agua destilada.
6. Homogenizar, envasar, etiquetar y almacenar.

CALCULOS DE DICROMATO DE POTASIO:

294.19 g/mol contiene $2 \times 51.992 = 103.992$ gramos de cromo

$$\begin{array}{rcl} 294.19 \text{ g/mol } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 & \text{-----} & 103.992 \text{ g de Cr} \\ & \times & \text{-----} \\ & & 1.00 \text{ g} \end{array}$$

$$\mathbf{X = 2.828 \text{ g de } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$$

$$\frac{1 \text{ gramo}}{X} = \frac{1000 \text{ mL de solución}}{1 \text{ mL}}$$

$$X = 1 \times 10^{-3} \text{ gramos de Cromo}$$

PREPARACION DE UNA SOLUCION PATRON DE CROMO:

1. Pesar en balanza analítica 2,825 g \pm 0,001 g del dicromato de potasio.
2. Secar una porción de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) a 105 °C \pm 2 °C por 2 h previamente pesado.
3. Enfriar y disolver en agua destilada 2,825 g \pm 0,001 g del dicromato de potasio seco.
4. Transferir a un balón volumétrico de 1000 mL, 5 mL de ácido nítrico concentrado (HNO_3) y aforar hasta la marca con agua destilada.
5. Almacenar esta solución en recipientes de polietileno o de vidrio borosilicato a temperatura ambiente.
6. Etiquetar el balón volumétrico de 1000 mL

1 ml de esta solución estándar contiene 1,00 mg de Cr

PREPARACION DE UNA SOLUCION ESTANDAR DE CROMO:

1. Transferir con una bureta de 50 mL solución patrón de cromo, preparado anteriormente, a un frasco volumétrico de 1000 mL.
2. Luego agregar 1 mL de ácido nítrico concentrado (HNO_3).
3. Llevar a aforo con agua destilada.
4. Mezclar hasta homogenizar, y envasar en un frasco plástico de polietileno (o vidrio).
5. Almacenar en recipientes de polietileno (o de vidrio borosilicato) a temperatura ambiente.
6. Etiquetar.

PREPARACIÓN DE LAS SOLUCIONES DE CALIBRACIÓN:

Procedimiento: Ensayo en blanco

Se realiza un ensayo en blanco en paralelo con las determinaciones, aplicando el mismo procedimiento y las mismas cantidades de todos los reactivos que se implementaron en el muestreo y determinación, pero con diferencia que la muestra será reemplazada por agua destilada y desionizada.

Antes de cada determinación, las soluciones de calibración se prepararan a partir de la solución estándar de cromo, con al menos cinco soluciones que cubran el intervalo de concentraciones por determinar de la siguiente manera:

1. Transferir con una pipeta volumétrica las cantidades siguientes: i) 1.00 mL, ii) 2.50 mL, iii) 5.00 mL, iv) 10.00 mL y v) 20.00 mL de solución estándar de cromo a un frasco volumétrico de 100 mL respectivamente.
2. Posteriormente añadir a cada matraz 2 mL de ácido clorhídrico concentrado y 10 ml de solución de lantano.
3. Diluir con agua destilada y llevar a aforo.
4. Homogenizar, rotular, guardar en frascos de vidrio.
5. Estas soluciones corresponden a las concentraciones de cromo de: i) 1 mg/mL, ii) 2.5 mg/mL, iii) 5 mg/mL, iv) 10 mg/mL y v) 20 mg/mL respectivamente

ANEXO N° 2



Figura N° 7 Instrumento utilizado para la toma de muestra de agua del lago de Ilopango



Figura N°8: Toma de muestra de Agua de Lago de Ilopango

ANEXO N° 3

<p>INVESTIGACION DE LA PRESENCIA DE CROMO HEXAVALENTE EN LAS AGUAS DEL LAGO DE ILOPANGO POR EL MÉTODO DE ABSORCIÓN ATÓMICA</p> <p>MUESTRA N° HORA DE MUESTREO FECHA DE MUESTREO RECOLECTOR DE MUESTRA TESTIGO: LUGAR:</p>
--

Figura N° 9 Etiqueta para la identificación de las muestras.

ANEXO N° 4



Figura N° 10: Espectrofotómetro de Absorción Atómica Perkin Elmer AA 800

ANEXO N° 5

**CERTIFICADOS DE RESULTADOS DE ANALISIS DE LAS MUESTRAS DE
AGUA**



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 518 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F.Q.F.
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 1 METRO) DISTANCIA 5 MTS
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 03:00
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B.	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Licda. Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Ministerio de Salud



**MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)**

Numero de referencia: **518 B**
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: **UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F**
 NOMBRE DEL REMITENTE: **GABRIELA RIVAS**
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: **LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 2 METRO) DISTANCIA 5 MTS**
 ORIGEN DEL AGUA: **LAGO**
 FECHA DE RECOLECCION: **15/09/13**
 FECHA DE RECEPCION: **16/09/13**
 HORA DE RECOLECCION: **03:00**
 FECHA DE ANALISIS: **26/09/13**

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 -As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lidia Mayra García de Yela
 Jefe de Laboratorio
 Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



Ministerio de Salud



**MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)**

Numero de referencia: 519 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F.Q.F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 1 METRO) DISTANCIA 10 MTS
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 03:00
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Cr. 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 -As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lidia Mayra García de Yela
Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 519.B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F.Q.F.
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 2 METRO) DISTANCIA 10 MTS
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
HORA DE RECOLECCION: 03:00
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu.B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr. 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn. 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 -As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Licda. Mayra Garcia de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días.



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 520 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGÓ (PROFUNDIDAD 1 METRO) DISTANCIA 25 MTS
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 03:15
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B, 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe, 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn, 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


 Lidia Mayra García de Velasco
 Jefe de Laboratorio
 Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Instituto Nacional de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 520 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 2 METRO) DISTANCIA 25 MTS
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
HORA DE RECOLECCION: 03:15
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 - As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


Lcda. Mayra García de Velasco
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Amada Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



El Ministerio de Salud



**MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)**

Numero de referencia: 521 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 1 METRO) DISTANCIA 25 MTS
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 03:25
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


 Licda. Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio
 Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



Instituto de Salud



**MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)**

Numero de referencia: 521 B
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 2 METRO) DISTANCIA 25 MTS
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 03:25
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


 Licda. Mayra García de Yela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



Instituto Nacional de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 522 A
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 1 METRO) DISTANCIA 100 MTS
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
HORA DE RECOLECCION: 03:30
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B, 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe, 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn, 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


Lidia Mayra García de Velasco
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



Presidencia de la Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 522 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO (PROFUNDIDAD 2 METRO) DISTANCIA 100 MTS
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 15/09/13
FECHA DE RECEPCION: 16/09/13
HORA DE RECOLECCION: 03:30
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lidia Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bluch, frente a Parque Cuscatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 546 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 5 mts DE DISTANCIA, (1 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 11:30
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lieda Mayra García de Cella
 Lieda Mayra García de Cella
 Jefe de Laboratorio
 Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 546 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA:LAGO DE ILOPANGO, 5 mts DE DISTANCIA, (2 mt)

ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
HORA DE RECOLECCION: 11:30
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lidia Mayra García de Vela
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 547 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: MELANIE ESCALANTE
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 10 mts DE DISTANCIA, (1 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 11:35
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 - As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


 Lidia Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Instituto Nacional de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 547 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: MELANIE ESCALANTE
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 10 mts DE DISTANCIA, (2 mt)
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
HORA DE RECOLECCION: 11:35
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B, 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe, 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn, 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 - As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


Lidia Mayra García de Vega
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Ministerio de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 548 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 25 mts DE DISTANCIA DE LA ORILLA, (1 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 11:40
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B, 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe, 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn, 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Licda. Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio
 Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Ministerio de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 548 B
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 25 mts DE DISTANCIA DE LA ORILLA, (2 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 11:40
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500- Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 - Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lieda Mayra García de Yela
 Lieda Mayra García de Yela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días.

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cascatlan Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



Ministerio de Salud



**MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)**

Numero de referencia: 549 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: MELANIE ESCALANTE
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 50 mts DE DISTANCIA, (1 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 11:45
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd. 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr. 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni. 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn. 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na. 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb. 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al. 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As. 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg. 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se. 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


 Lidia Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



Ministerio de Salud



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 549 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: MELANIE ESCALANTE
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA:LAGO DE ILOPANGO, 50 mts DE DISTANCIA, (2 mt)
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
HORA DE RECOLECCION: 11:45
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B: 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Fe: 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd: 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn: 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Cr: 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni: 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn: 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Na: 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb: 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Al: 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 -As: 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Hg: 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 -Se: 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


Lidia Mayra García de Vela
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

Alameda Roosevelt, Edificio Dr. Max Bloch, frente a Parque Cuscatlan. Telefax: 2271-1316 - 2205-1611

11/10/2013



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 550 A
 NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
 NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
 DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA:LAGO DE ILOPANGO, 100 mts DE DISTANCIA, (1 mt)
 ORIGEN DEL AGUA: LAGO
 FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
 FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
 HORA DE RECOLECCION: 12:00
 FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B, 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500 Fe, 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn, 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500 Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Niquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500 Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500 Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500 As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500 Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500 Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:

Lidia Mayra García de Vela
 Jefe de Laboratorio

Instituto Nacional de Salud
 Laboratorio Nacional de Referencia
 Laboratorio de Control de Calidad
 de Alimentos y Toxicología
 Ministerio de Salud
 El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días



MINISTERIO DE SALUD
LABORATORIO NACIONAL DE REFERENCIA
LABORATORIO DE CONTROL DE CALIDAD DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGIA
VIGILANCIA DE LA CALIDAD DEL AGUA
TRAZAS DE METALES (F-REP-50)

Numero de referencia: 550 B
NOMBRE DEL SOLICITANTE: UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, F Q F
NOMBRE DEL REMITENTE: GABRIELA RIVAS
DIRECCION DE TOMA DE MUESTRA: LAGO DE ILOPANGO, 100 mts DE DISTANCIA, (2 mt)
ORIGEN DEL AGUA: LAGO
FECHA DE RECOLECCION: 22/09/13
FECHA DE RECEPCION: 23/09/13
HORA DE RECOLECCION: 12:00
FECHA DE ANALISIS: 26/09/13

DETERMINACION	REFERENCIA BIBLIOGRAFICA	RESULTADO	LIMITE MAXIMO PERMISIBLE*
Cobre** (Cu):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cu B. 3111B	mg/L	1.30
Hierro** (Fe):	Standard Methods 19th Edition 3500-Fe. 3111B	mg/L	0.30
Cadmio** (Cd):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cd 3113B	mg/L	0.003
Zinc** (Zn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Zn. 3111B	mg/L	5.00
Cromo** (Cr):	Standard Methods 19th Edition 3500-Cr 3113B	< 0.0005 mg/L	0.05
Níquel** (Ni):	Standard Methods 19th Edition 3500-Ni 3113B	mg/L	0.02
Manganeso** (Mn):	Standard Methods 19th Edition 3500-Mn 3111B	mg/L	0.10
Sodio** (Na):	Standard Methods 19th Edition 3500-Na 3111B	mg/L	200.00
Plomo** (Pb):	Standard Methods 19th Edition 3500-Pb 3113B	mg/L	0.01
Aluminio (Al):	Standard Methods 19th Edition 3500-Al 3111B	mg/L	0.2
Arsénico (As):	Standard Methods 19th Edition 3500-As 3114 B	mg/L	0.01
Mercurio (Hg):	Standard Methods 19th Edition 3500-Hg 3112 B	mg/L	0.001
Selenio (Se):	Standard Methods 19th Edition 3500-Se 3114 B	mg/L	0.01

*Valor de acuerdo a la Norma Salvadoreña NSO 13.07.01.08

**Determinaciones Acreditadas bajo Norma ISO/IEC 17025:2005

Observaciones:


Leda Mayra García de Yela
Jefe de Laboratorio
Instituto Nacional de Salud
Laboratorio Nacional de Referencia
Laboratorio de Control de Calidad
de Alimentos y Toxicología
Ministerio de Salud
El Salvador C. A.

Prohibida la reproducción total o parcial sin la aprobación de la jefatura del laboratorio, los resultados corresponden a la muestra analizada, cualquier queja deberá presentarse en los siguientes 30 días

ANEXO N° 6

**NORMATIVA MEXICANA NMX-AA-051-SCFI-2001:
ANÁLISIS DE AGUA- DETERMINACIÓN DE METALES POR ABSORCIÓN
ATÓMICA EN AGUAS NATURALES, POTABLES, RESIDUALES Y
RESIDUALES TRATADAS**



**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE METALES POR
ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES, POTABLES,
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE
PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-051-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**

0 INTRODUCCIÓN

Los efectos de los metales que se encuentran en las aguas naturales, potables y residuales sobre la salud humana, pueden ir desde el intervalo de benéficos, causantes de problemas hasta tóxicos, esto es dependiendo de su concentración, por lo que su cuantificación en cuerpos de agua es importante. Algunos metales son esenciales, otros pueden afectar adversamente a los consumidores de agua, sistemas de tratamiento de aguas residuales y cuerpos receptores de agua.

1 OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACIÓN

Esta norma mexicana establece el método de espectrofotometría de absorción atómica para la determinación de metales disueltos, totales, suspendidos y recuperables en aguas naturales, potables, residuales y residuales tratadas.

2 REFERENCIAS

Para la correcta aplicación de esta norma se debe consultar la siguiente norma mexicana vigente:



NMX-AA-003-1980

Aguas residuales.- Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación en 25 de marzo de 1980.

3 PRINCIPIO DEL MÉTODO

El método para la determinación de metales por espectrofotometría de absorción atómica en aguas naturales, potables y residuales se basa en la generación de átomos en estado basal y en la medición de la cantidad de energía absorbida por estos, la cual es directamente proporcional a la concentración de ese elemento en la muestra analizada.

4 DEFINICIONES

Para los efectos de esta norma se establecen las siguientes definiciones:

4.1 Aguas naturales

Se define como agua natural el agua cruda, subterránea, de lluvia, de tormenta, residual y superficial.

4.2 Aguas residuales

Las aguas de composición variada provenientes de las descargas de usos municipales, industriales, comerciales, agrícolas, pecuarias, domésticos y similares, así como la mezcla de ellas.

4.3 Aguas potables

Para uso y consumo humano: Aquella que no contiene contaminantes objetables ya sean químicos o agentes infecciosos y que no causa efectos nocivos al ser humano.

4.4 Análisis de blanco analítico

Es el someter una alícuota de agua reactivo a todo el proceso de análisis por el cual pasa una muestra real. Los laboratorios deben realizar los análisis de blancos para corregir la señal de fondo del sistema de medición. El análisis de blancos se debe realizar en forma periódica o con cada lote de muestras según lo requiera el método.

4.5 Bitácora

Cuaderno de laboratorio debidamente foliado e identificado, en el cual los analistas anotan todos los datos de los procedimientos que siguen en el análisis de una muestra, así como todas las informaciones pertinentes y relevantes a su trabajo en el laboratorio. Es a partir de dichas bitácoras que los inspectores pueden reconstruir el proceso de análisis de una muestra tiempo después de que se llevó a cabo.

4.6 Blanco

Agua reactivo o matriz equivalente a la que no se le aplica ninguna parte del procedimiento analítico y sirve para evaluar la señal de fondo.

4.7 Blanco analítico o de reactivos

Agua reactivo o matriz equivalente que no contiene, por adición deliberada, la presencia de ningún analito o sustancia por determinar, pero que contiene los mismos disolventes, reactivos y se somete al mismo procedimiento analítico que la muestra problema.

4.8 Calibración

Conjunto de operaciones que establecen, bajo condiciones específicas, la relación entre los valores de una magnitud indicados por un instrumento o sistema de medición, o los valores representados por una medida materializada y los valores correspondientes de la magnitud, realizados por los patrones, efectuando una corrección del instrumento de medición para llevarlo a las condiciones iniciales de funcionamiento.

4.9 Descarga

Acción de verter, infiltrar, depositar o inyectar aguas residuales a un cuerpo receptor en forma continua, intermitente o fortuita, cuando éste es un bien del dominio público de la Nación.

4.10 Desviación estándar experimental

Para una serie de n mediciones del mismo mensurando, es la magnitud s que caracteriza la dispersión de los resultados, dado por la fórmula:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

donde:

x_i es el resultado de la i-ésima medición, y
 \bar{x} es la media aritmética de los n resultados considerados.

4.11 Disolución estándar

Disolución de concentración conocida preparada a partir de un patrón primario.

4.12 Disolución madre

Corresponde a la disolución de máxima concentración en un análisis. Es a partir de esta disolución que se preparan las disoluciones de trabajo.

4.13 Exactitud

Mide la concordancia entre el valor medido y el valor verdadero. El valor verdadero nunca se alcanza, y por lo tanto se usa como valor verdadero el valor generado por un material de referencia (consultar el apéndice normativo A).

4.14 Material de referencia

Material o sustancia en el cual uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneas y bien definidas, para ser utilizadas para la calibración de aparatos, la evaluación de un método de medición, o para asignar valores a los materiales.

4.15 Material de referencia certificado

Material de referencia, acompañado de un certificado, en el cual uno o más valores de las propiedades están certificados por un procedimiento que establece la trazabilidad a una realización exacta de la unidad en la cual se expresan los valores de la propiedad, y en el que cada valor certificado se acompaña de una incertidumbre con un nivel declarado de confianza.



4.16 Medición

Conjunto de operaciones que tiene por objeto determinar el valor de una magnitud.

4.17 Mensurando

Magnitud particular sujeta a medición.

4.18 Metales disueltos

Aquellos metales en disolución en muestras no acidificadas o en estado coloidal que pasan a través de una membrana de poro de 0,45 micras.

4.19 Metales suspendidos

Aquellos metales en estado suspendido los cuales son retenidos por una membrana de poro de 0,45 μ .

4.20 Metales totales

Es la suma de las concentración de metales en ambas fracciones de una muestra, disueltos y suspendidos. Estos pueden ser determinados en una muestra sin filtrar que previamente ha sido digerida vigorosamente con ácido para solubilizar completamente a los metales a determinar.

4.21 Muestra compuesta

La que resulta de mezclar un número de muestras simples. Para conformar la muestra compuesta, el volumen de cada una de las muestras simples debe ser proporcional al caudal de la descarga en el momento de su toma.

4.22 Muestra simple

La que se tome en el punto de descarga, de manera continua, en día normal de operación que refleje cuantitativa y cualitativamente el o los procesos más representativos de las actividades que generan la descarga, durante el tiempo necesario para completar cuando menos, un volumen suficiente para que se lleven a cabo los análisis necesarios para conocer su composición, aforando el caudal descargado en el sitio y en el momento de muestreo.

4.23 Límite de cuantificación del instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra y que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

4.24 Límite de detección del instrumento

Concentración mínima del analito en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones de operación establecidas en el instrumento.

4.25 Límite de cuantificación del método (LCM)

Es la menor concentración de un analito o sustancia en una muestra que puede ser cuantificada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

4.26 Límite de detección del método (LDM)

Es la mínima concentración de un analito o sustancia en una muestra, la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada bajo las condiciones en que se lleva a cabo el método.

4.27 Límite máximo permisible

Valor o intervalo expresado en unidades de concentración, cantidad de materia o unidades específicas, asignado a un parámetro, el cual no debe ser excedido en la descarga de aguas residuales. Estos valores están consignados en los criterios ecológicos para uso o aprovechamiento del agua.

4.28 Parámetro

Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

4.29 Patrón (de medición)

Material de referencia, instrumento de medición, medida materializada o sistema de medición destinado a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad o uno o más valores de una magnitud para utilizarse como referencia.

4.30 Patrón nacional (de medición)

Patrón reconocido por una decisión nacional en un país, que sirve de base para asignar valores a otros patrones de la magnitud concerniente.

4.31 Patrón primario

Patrón que es designado o reconocido ampliamente como un patrón que tiene las más altas cualidades metrológicas y cuyo valor es aceptado sin referencia a otros patrones de la misma magnitud.

4.32 Patrón secundario

Patrón cuyo valor es establecido por comparación con un patrón primario de la misma magnitud.

4.33 Patrón de referencia

Patrón, en general de la más alta calidad metrológica disponible en un lugar dado, o en una organización determinada del cual se derivan las mediciones realizadas en dicho lugar.

4.34 Patrón de trabajo

Patrón que es usado rutinariamente para calibrar o controlar las medidas materializadas, instrumentos de medición o los materiales de referencia.

4.35 Precisión

Es el grado de concordancia entre resultados analíticos individuales cuando el procedimiento analítico se aplica repetidamente a diferentes alícuotas o porciones de una muestra homogénea. Usualmente se expresa en términos del intervalo de confianza o incertidumbre:

$$x = \bar{x} \pm t_{\alpha/2} \frac{s}{\sqrt{n}}$$

donde:

- \bar{x} es la media calculada a partir de un mínimo de tres mediciones independientes;
- $t_{\alpha/2}$ es el valor de la t de Student para un nivel de significancia del 95 %;
- s es la desviación estándar de la muestra;
- n es el número de réplicas, y
- x es el resultado que incluye el intervalo de confianza.

4.36 Trazabilidad

Propiedad del resultado de una medición o del valor de un patrón por la cual pueda ser relacionado a referencias determinadas, generalmente patrones nacionales o internacionales, por medio de una cadena ininterrumpida de comparaciones teniendo todas las incertidumbres determinadas.

4.37 Verificación de la calibración

Una verificación periódica de que no han cambiado las condiciones del instrumento en una forma significativa.

5 EQUIPO Y MATERIALES

Sólo se mencionan los equipos y materiales que son de relevancia para el presente método.

5.1 Equipo

5.1.1 Balanza analítica con precisión de 0,1 mg.

5.1.2 Espectrofotómetro de absorción atómica (EAA). Con haz sencillo o doble, monocromador, detector, fotomultiplicador ajustable al ancho de banda espectral, intervalo de longitud de onda que contenga las longitudes de los analitos a analizar y provisto de una interfase con registrador o un adecuado sistema de datos.

5.1.3 Generador de hidruros.

5.1.4 Vapor frío.

- 5.1.5 Horno de grafito. Equipo capaz de programar las temperaturas, tiempos y flujos de gas inerte y alterno en los pasos para atomizar la muestra, debe contar con un sistema de enfriamiento para controlar la temperatura del horno.
- 5.1.6 Lámparas de: Aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, podio, rubidio, selenio, silicio, sodio, titanio, vanadio, zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de aguas).
- 5.1.7 Horno de microondas, y/o autoclave, y/o placa de calentamiento.
- 5.1.8 Quemadores de 10 cm de 1 ranura, de 10 cm de 3 ranuras y para óxido nitroso de 5 cm o los recomendados por el fabricante del equipo.
- 5.1.9 Celda de cuarzo cilíndrica para el generador de hidruros o la recomendada por el fabricante del equipo.

5.2 Materiales

Todo el material volumétrico utilizado en este método debe ser de clase A con certificado y/o en su caso debe estar calibrado.

Limpieza del material.

- 5.2.1 Todo el material usado en esta determinación debe ser exclusivo para este procedimiento. Para el lavado del material remojar durante 1 h en una disolución de ácido nítrico al 10 % y enjuagar con agua. Los detergentes con base de amoníaco no deben usarse para la limpieza del material. Su uso debe restringirse dentro del laboratorio.
- 5.2.2 Los contenedores de las muestras deben lavarse con disolución de detergente no iónico, libre de metales, enjuagarse con agua, remojar en ácido toda la noche y volver a enjuagarse con agua libre de metales y dejar secar (con cuidado especial para el análisis de trazas).
- 5.2.3 En los casos de que se presenten adherencias en el material debe dejarse remojando de 12 h a 24 h con HNO_3 (1:5), HCl (1:5) o con agua regia (3 partes de HCl concentrado + 1 parte de HNO_3 concentrado) a 70°C , después debe ser enjuagado con agua libre de metales.
- 5.2.4 En los casos de que el material presente grasas, enjuagar con acetona y/o hexano.

- 5.2.5 Papel filtro número 40 (o equivalente).
- 5.2.6 Pipetas volumétricas tipo A o micropipetas calibradas.
- 5.2.7 Cajas de petri.
- 5.2.8 Tubos de grafito y accesorios (específicos para el horno de grafito utilizado).
- 5.2.9 Material de consumo que necesite el espectrofotómetro en flama y/o horno y/o generador de hidruros y/o vapor frío.
- 5.2.10 Membranas de filtración de 0,45 micras.

6 REACTIVOS Y PATRONES

Todos los productos químicos usados en este método deben ser grado reactivo, para las determinaciones que se realicen en horno de grafito deben ser grado suprapuro o equivalente (no se mencionan todos los reactivos utilizados para eliminar interferencias y para características específicas de cada técnica).

Agua: Debe entenderse agua que cumpla con las siguientes características:

	Agua Tipo I	Agua Tipo II
Resistividad (megohm -cm a 25°C)	18	>10
Conductividad (μ S/cm a 25°C)	$\leq 0,06$	< 0,1
NOTA.- Consultar el apéndice normativo B.		

- 6.1 Ácido clorhídrico concentrado (HCl)
- 6.2 Ácido nítrico concentrado (HNO₃)
- 6.3 Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄)
- 6.4 Disolución de borohidruro de sodio (NaBH₄) en hidróxido de sodio (NaOH) a la concentración especificada por el fabricante del equipo. Esta disolución debe prepararse justo antes de realizar el análisis.

- 6.5 Aire comprimido libre de agua y aceite
- 6.6 Acetileno grado absorción atómica
- 6.7 Argón grado alta pureza o absorción atómica
- 6.8 Nitrógeno grado alta pureza o absorción atómica
- 6.9 Óxido nitroso grado alta pureza o absorción atómica
- 6.10 Disolución patrón (certificada y/o preparada en el laboratorio 1 g/L ó 1 g/Kg) de: aluminio, antimonio, arsénico, bario, berilio, bismuto, calcio, cadmio, cesio, cobalto, cobre, cromo, estaño, estroncio, hierro, iridio, magnesio, manganeso, mercurio, molibdeno, litio, níquel, oro, osmio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, rubidio, selenio, sílice, sodio, titanio, vanadio, zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de aguas).

NOTA.- Consultar el apéndice normativo C.

- 6.11 Disolución patrón intermedia: Preparar las disoluciones patrón de acuerdo al método tomando una alícuota adecuada de la disolución patrón certificada.
- 6.12 Disoluciones patrón: Demostrar el intervalo lineal con un mínimo de 4 disoluciones y un blanco que estén dentro del intervalo de trabajo.
- 6.13 Disolución patrón para la matriz adicionada: La concentración depende del metal a analizar y de la técnica utilizada, se debe preparar a partir de la disolución patrón intermedia.

7 RECOLECCIÓN, PRESERVACIÓN Y ALMACENAMIENTO DE MUESTRAS

7.1 Recolección

Debe tomarse un mínimo de 500 mL de muestra para metales genéricos en su mayoría, en un envase de polietileno o polipropileno. Para la determinación de mercurio, arsénico o selenio se necesitan 250 mL en envases separados llenando hasta el tope.

7.2 Tratamiento en campo y/o laboratorio

Para la determinación de metales disueltos y/o suspendidos, tanto la muestra como los blancos deben filtrarse a través de una membrana de poro de 0,45 micras, previamente lavada con una disolución de ácido nítrico (1 %) y enjuagando con agua tipo I antes de utilizarse.

7.3 Preservación de la muestra

Las muestras y los blancos de campo deben preservarse añadiendo ácido nítrico concentrado hasta obtener un pH < 2. Todas las muestras deben refrigerarse a 4°C hasta su análisis.

Para análisis de metales a nivel de trazas en aguas naturales deben preservarse con ácido nítrico grado suprapur o equivalente.

7.4 El tiempo máximo previo al análisis es de 6 meses. Para mercurio es de 28 días.

8 CONTROL DE CALIDAD

8.1 Cada laboratorio que utilice este método debe operar un programa de control de calidad (CC) formal.

8.2 El laboratorio debe mantener los siguientes registros:

- Los nombres y títulos de los analistas que ejecutaron los análisis y el encargado de control de calidad que verificó los análisis, y
- Las bitácoras manuscritas del analista y del equipo en los que se contengan los siguientes datos:
 - a) Identificación de la muestra;
 - b) Fecha del análisis;
 - c) Procedimiento cronológico utilizado;
 - d) Cantidad de muestra utilizada;
 - e) Número de muestras de control de calidad analizadas;
 - f) Trazabilidad de las calibraciones de los instrumentos de medición;
 - g) Evidencia de la aceptación o rechazo de los resultados, y
 - h) Además el laboratorio debe mantener la información original reportada por los equipos en disquetes o en otros respaldos de información,

De tal forma que permita a un evaluador externo reconstruir cada determinación mediante el seguimiento de la información desde la recepción de la muestra hasta el resultado final.

- 8.3 Cada vez que se adquiriera nuevo material volumétrico debe de realizarse la verificación de la calibración de éste tomando una muestra representativa del lote adquirido.

9 CALIBRACIÓN

- 9.1 Se debe de contar con la calibración del material volumétrico involucrado en el método.
- 9.2 Verificación de la calibración de la balanza analítica.
- 9.3 Verificación del espectrofotómetro de absorción atómica: La verificación debe realizarse cada vez que se utilice el espectrofotómetro.
- 9.3.1 Aspiración directa (aire-acetileno y/o óxido nitroso-acetileno):

Este método es aplicable para la determinación de antimonio, bismuto, cadmio, calcio, cesio, cromo, cobalto, cobre, estroncio, estaño, fierro, iridio, litio, magnesio, manganeso, níquel, oro, paladio, plata, platino, plomo, potasio, rodio, sodio, talio, y zinc (además de otros elementos de interés en el análisis de aguas).

- 9.3.1.1 Encender el equipo y conectar la lámpara para el metal que se va a determinar.
- 9.3.1.2 Alinear la lámpara hasta obtener la máxima energía.
- 9.3.1.3 Seleccionar el ancho de banda espectral óptimo, el cual depende de cada elemento en particular.
- 9.3.1.4 Seleccionar la longitud de onda para el metal de interés de acuerdo al protocolo del laboratorio o del manual del fabricante.
- 9.3.1.5 Optimizar la longitud de onda ajustándola hasta obtener la máxima energía.
- 9.3.1.6 Esperar de 10 min a 20 min para que se estabilice el equipo, una vez encendida la lámpara.

- 9.3.1.7 Ajustar las condiciones de la flama aire-acetileno de acuerdo a las indicaciones del fabricante. Encender la flama. Permitir que el sistema alcance el equilibrio de temperatura.
- 9.3.1.8 Aspirar un blanco (matriz libre de analitos a la cual se le agregan todos los reactivos en los mismos volúmenes y proporciones usadas en el procesamiento de la muestra).
- 9.3.1.9 Aspirar una disolución estándar del metal a analizar, ajustar la velocidad de flujo del nebulizador hasta obtener la máxima sensibilidad, así como ajustar el quemador horizontal y verticalmente hasta obtener la máxima respuesta.
- 9.3.1.10 Realizar la curva de calibración con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento (ver inciso 6.12). El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal).

9.3.2 Generador de hidruros

Este método es aplicable para la determinación de antimonio, arsénico, mercurio, selenio, etc.

- 9.3.2.1 Instalar la lámpara adecuada, colocar la corriente de la lámpara dependiendo del metal a analizar.
- 9.3.2.2 Encender el espectrofotómetro y esperar a que se estabilice.
- 9.3.2.3 Seleccionar la longitud de onda y el ancho de banda espectral para el elemento que va a ser determinado de acuerdo al protocolo del laboratorio o del manual del fabricante.
- 9.3.2.4 Alinear la lámpara a su máxima energía.
- 9.3.2.5 Alinear el accesorio que se va a usar para atomizar la muestra.
- 9.3.2.6 Ajustar el rayo de luz de la lámpara de acuerdo con las especificaciones del fabricante del equipo.
- 9.3.2.7 Ajustar los flujos de gas de aire y acetileno. Este ajuste no se requiere para la determinación de mercurio.
- 9.3.2.8 Alinear la celda de cuarzo en el rayo de luz y esperar de 20 min a 30 min para su estabilización en la flama antes de iniciar el análisis; en este período, preparar las disoluciones estándar y los reactivos.

- 9.3.2.9 Colocar en el recipiente del reductor una disolución de borohidruro de sodio en hidróxido de sodio y conectar el recipiente al sistema según las especificaciones del fabricante del equipo.
- 9.3.2.10 Abrir el suministro de gas inerte y ajustar la presión de acuerdo a las especificaciones del fabricante del equipo.
- 9.3.2.11 Conectar el vaso de reacción al sistema generador y esperar el tiempo suficiente para que todo el aire se purgue del sistema, entonces registrar el cero en el espectrofotómetro (autocero).
- 9.3.2.12 Conectar el vaso de reacción que contiene el blanco de reactivos.
- 9.3.2.13 Purgar el sistema hasta eliminar completamente el aire, permitir la entrada de la disolución de borohidruro de sodio (ver inciso 6.4) hasta obtener la lectura del blanco.
- 9.3.2.14 Limpiar el sistema haciendo pasar agua o ácido clorhídrico diluido.
- 9.3.2.15 Realizar la curva de calibración con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto deberá ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último deberá estar dentro del intervalo lineal.

9.3.3 Horno de grafito.

Este método es aplicable para metales, donde se requiere límites de detección más bajos.

- 9.3.3.1 Establecer la corriente de la lámpara para cada metal y proceder de acuerdo a lo indicado en el inciso 9.3.1.6.
- 9.3.3.2 Seleccionar el ancho de banda espectral óptimo, el cual depende de cada elemento en particular.
- 9.3.3.3 Colocar la longitud de onda en el espectrofotómetro para cada metal de interés de acuerdo al protocolo del laboratorio o del manual del fabricante.
- 9.3.3.4 Alinear el tubo de grafito de acuerdo a las indicaciones del fabricante del equipo.
- 9.3.3.5 Programar el flujo de gas inerte, gas alterno y de agua de enfriamiento de acuerdo a lo especificado por el fabricante.
- 9.3.3.6 Seleccionar el programa para cada uno de los metales con las sugerencias recomendadas por el fabricante del equipo.

- 9.3.3.7 Inyectar la cantidad de muestra especificada por el fabricante en el tubo de grafito.
- 9.3.3.8 Realizar la curva de calibración con un mínimo de cuatro concentraciones y un blanco de reactivos en el intervalo lineal demostrado para cada elemento. El primer punto debe ser igual o mayor al límite de cuantificación, y el último debe estar dentro del intervalo lineal.

10 PROCEDIMIENTO

- 10.1 Realizar tres lecturas independientes (por lo menos) para cada muestra, blanco, patrón, etc.

Las muestras de aguas residuales, requieren en general, un tratamiento previo antes del análisis. Los metales totales incluyen las combinaciones de carácter orgánico e inorgánico, tanto disueltos como en partículas. Las muestras incoloras, transparentes con una turbiedad < 1 UNT, pueden analizarse directamente sin digestión. En caso de agua potable habrá que concentrar para algunos metales.

- 10.2 Preparación de la muestra para determinación de metales disueltos y suspendidos.
 - 10.2.1 Para la determinación de metales disueltos, la muestra debe filtrarse en el momento de su colección y/o en el laboratorio a través de una membrana de poro de 0,45 micras. Hacer un blanco utilizando una membrana similar, lavada con agua para asegurarse que está libre de contaminación. Preacondicionar la membrana_ enjuagándola con ácido nítrico (1 %) y dándole un enjuague con agua tipo I antes de utilizarla.
 - 10.2.2 Para la muestra de metales suspendidos, registrar el volumen de muestra filtrada e incluir una membrana en la determinación del blanco. Antes de filtrar, centrifugar las muestras con un alto contenido de turbiedad en tubos de plástico de alta densidad o TFE lavados con ácido. Agitar y filtrar a una presión de 70 Kpa a 130 Kpa.
 - 10.2.3 Después de la filtración, acidificar el filtrado a un pH de 2 con ácido nítrico concentrado y analizar directamente.
 - 10.2.4 La membrana para análisis de metales suspendidos debe guardarse en una caja de petri lavada, enjuagada con disolución ácida y seca, si la filtración se realiza en campo.

- 10.2.5 Si durante el traslado de la muestra o durante el almacenamiento se forma un precipitado, éste debe redisolverse.
- 10.2.6 Para la digestión de la muestra en parrilla de calentamiento y en vaso abierto transferir la membrana a un vaso de precipitados de 150 mL y añadir 4 mL de ácido nítrico concentrado. Incluir un filtro para la determinación del blanco. Cubrir con vidrio de reloj y calentar. El ácido caliente disuelve la membrana rápidamente. Incrementar la temperatura para la digestión del material.
- 10.2.7 Calentar casi a sequedad evitando que hierva la muestra, enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua y añadir otros 3 mL de ácido nítrico concentrado. Cubrir y continuar calentando hasta digestión completa, generalmente es cuando adquiere una apariencia cristalina o no cambia con la adición del ácido.
- 10.2.8 Evaporar casi a sequedad (aproximadamente 2 mL), enfriar y lavar el vidrio de reloj con agua, añadir 10 mL de ácido clorhídrico (1:1) y 15 mL de agua por cada 100 mL de dilución y calentar por otros 15 min para redissolver precipitados que se hallan formado. Los incisos 10.2.6, 10.2.7 y 10.2.8 pueden variar si se utilizan otras fuentes de energía (autoclaves u hornos de microondas).
- 10.2.9 Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapar el nebulizador. Ajustar el volumen basado en la concentración esperada de los analitos. La muestra está lista para su análisis.
- 10.3 Preparación de la muestra para la determinación de metales totales por digestión en parrilla de calentamiento y en vaso abierto en aguas naturales, potables y residuales.
- 10.3.1 Homogeneizar perfectamente la muestra, verificando que no existan sólidos adheridos en el fondo del contenedor. Inmediatamente después tomar una alícuota de 50 mL a 100 mL dependiendo de la naturaleza de la muestra, y transferir a un vaso de precipitados para digestión.
- 10.3.2 Añadir 3 mL de ácido nítrico concentrado y calentar en una placa, evaporar, cuidando que no hierva, hasta aproximadamente de 2 mL a 5 mL de muestra y enfriar.
- 10.3.3 Adicionar 5 mL de ácido nítrico concentrado, cubrir con un vidrio de reloj y pasar nuevamente la muestra a la placa de calentamiento. Incrementar la temperatura de calentamiento hasta que exista reflujo de vapores. Continuar calentando y en caso de ser necesario, agregar mayor cantidad de ácido nítrico concentrado y continuar la digestión.

Cuando la digestión es completa (cuando la muestra tenga apariencia cristalina constante) retirar la muestra y enfriar.

La digestión puede realizarse en placa térmica y en recipientes de teflón cerrados usando como fuente de energía autoclave u horno de microondas.

NOTA.- Consultar el apéndice normativo E.

10.3. 4 Por cada 100 mL de volumen de disolución final adicionar 10 mL de ácido clorhídrico (1:1) y 15 mL de agua, calentar la muestra sin llegar a ebullición por espacio de 15 min para disolver precipitados o residuos resultantes de la evaporación y llevar al aforo correspondiente (de 50 mL a 100 mL).

Enfriar, lavar las paredes del vaso y vidrio de reloj con agua y filtrar para remover el material insoluble que pueda tapan el nebulizador. Ajustar el volumen basado en la concentración esperada de los analitos. La muestra está lista para su análisis. Las concentraciones deben reportarse como metales totales.

Este procedimiento puede variar en la determinación de arsénico, antimonio, mercurio y selenio entre otros.

10.4 Análisis por aspiración directa.

10.4.1 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica de acuerdo a lo indicado en el inciso 9.3 o manual del fabricante.

10.4.2 Obtener una gráfica con los valores de la curva de calibración y realizar los cálculos cuantitativos. Analizar el lote de muestras.

10.4.3 Análisis de metales en aguas a nivel de trazas por aspiración directa puede hacerse por extracción con solvente (MIBK).

NOTA.- Consultar el apéndice normativo F.

10.5 Análisis por horno de grafito.

10.5.1 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica, con el aditamento horno de grafito de acuerdo a lo indicado en el inciso 9.3.3 o manual del fabricante.

Inyectar la cantidad recomendada por el fabricante en el tubo de grafito del blanco de reactivos y la disolución de trabajo más concentrada para optimizar el programa del horno.

- 10.5.2 Obtener una gráfica con los valores de la curva de calibración y realizar los cálculos cuantitativos.
- 10.5.3 Analizar el lote de muestras.
- 10.6 Análisis por generador de hidruros.

En forma directa para aguas naturales y potables (transparentes) y/o después de previa digestión para aguas residuales.

- 10.6.1 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica con el aditamento generador de hidruros de acuerdo a lo indicado en el inciso 9.3.2. o manual del fabricante.
- 10.6.2 Obtener una gráfica con los valores de la curva de calibración y realizar los cálculos cuantitativos.
- 10.6.3 Analizar el lote de muestras.
- 10.7 Análisis por vapor frío.

Para análisis con cloruro estañoso

- 10.7.1 Calibrar el espectrofotómetro de absorción atómica con el aditamento para vapor frío (ver incisos 9.3.2.6 y 9.3.2.15).
- 10.7.2 Estándares, blanco y muestras deben ser tratados con ácido nítrico y ácido sulfúrico en presencia de permanganato de potasio para oxidar todo el mercurio presente a forma de Hg^{2+}

El exceso de permanganato de potasio es reducido con cloruro de hidroxilamina.

El mercurio metálico se reduce con cloruro estanoso y el vapor atómico del mercurio es llevado por medio del sistema aerador a la celda de absorción para ser detectado.

Para el análisis con boro hidruro de sodio.

Los estándares, blanco y muestras, más un oxidante se conectan al sistema de vapor frío para ser detectados, ver manual de fabricante.

NOTA.- Consultar el apéndice normativo G.

- 10.7.3 Obtener una gráfica con los valores de la curva de calibración y realizar los cálculos cuantitativos.

10.7.4 Analizar el lote de muestras.

11 CÁLCULOS

11.1 Realizar las gráficas de las curvas de calibración de cada uno de los metales de acuerdo a las concentraciones esperadas de la muestra.

11.2 Calcular la concentración de la muestra por medio de la ecuación de la recta que se obtiene de las curvas de calibración para cada metal empleando la siguiente ecuación:

Ecuación 1:

$$Y = mX + b$$

donde:

Y es la absorbancia de la muestra ya procesada;
m es la pendiente (coeficiente de absortividad), y
b es la ordenada al origen.

despejar X que debe ser la concentración de la muestra procesada y tomar en cuenta los factores de dilución que se realicen en cada uno de los metales según la técnica utilizada, y se debe obtener la concentración del metal en la muestra.

11.3 Si se trabaja con el método de adición de estándares, obtener la gráfica, el coeficiente de correlación y el valor de la muestra sin añadir.

11.4 Reporte de resultados:

11.4.1 No se deben reportar concentraciones de elementos por debajo del límite de detección.

11.4.2 Reportar los resultados del análisis en mg/L.

12 INTERFERENCIAS

Las que a continuación se informan son de las interferencias más comunes.

- 12.1 Aspiración directa
- 12.1.1 Interferencias químicas. Son causadas por la pérdida de absorción por saltos cuánticos de átomos en combinaciones moleculares en la flama. Este fenómeno puede ocurrir cuando la flama no está lo suficientemente caliente para disociar la molécula. La adición de lantano o estroncio a blancos, muestra y estándares disminuye esta interferencia así como la flama $\text{NO}_2/\text{C}_2\text{H}_2$ ayuda a la disociación efectiva de las moléculas.
- 12.1.2 Interferencia de absorción no específica (fondo). La absorción molecular y la dispersión de la luz causadas por partículas sólidas en la flama pueden causar errores positivos. Para evitar este problema se debe utilizar corrección de fondo. Estos sólidos además de presentar una barrera física al paso de la luz de la lámpara en la flama, forman depósitos en la cabeza del quemador, sin embargo esto se puede evitar aspirando continuamente agua acidulada.
- 12.1.3 Interferencias de ionización. Ocurren cuando la temperatura de la flama es lo suficientemente alta para generar la remoción de un electrón de su átomo neutral, generándose un ion con carga positiva. Este tipo de interferencias pueden controlarse generalmente con la adición de elementos fácilmente ionizables tales como Na, K y Cs en blancos, muestras y estándares.
- 12.1.4 Interferencia físicas. Están relacionadas con las diferentes propiedades existentes entre las muestras y los estándares. Las cuales pueden afectar a la aspiración y eficiencia de nebulización en el sistema de atomización. Si las soluciones presentan diferencias de viscosidad y/o tensión superficial, la eficiencia de nebulización no será igual y los resultados analíticos se ven afectados. La presencia de otros compuestos además del elemento de interés pueden afectar a los resultados analíticos. Estas interferencias pueden ser corregidas utilizando el método de adición interna (adición de estándares).
- 12.1.5 Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por flama se recomienda ver manual del fabricante.
- NOTA.-** Para los elementos que presenten interferencias significativas en ciertas matrices se recomienda el uso de la técnica de adición de estándares.
- 12.2 Atomización sin flama (horno de grafito)
- 12.2.1 Interferencias químicas (ver inciso 12.1.1). Este tipo de interferencias en horno de grafito por lo general se elimina con el adecuado desarrollo del programa de atomización, utilizando plataformas o adicionando modificadores de matriz tal como Pd, Ni, etc.

- 12.2.2 Interferencias de absorción no específica (fondo) (ver inciso 12.1.2). Este tipo de interferencias pueden ser corregidas en horno de grafito con el uso de corrector de fondo: lámpara de Deuterio (fuente continua); por efecto Zeeman o Smith-Hieftje.
- 12.2.3 Interferencias espectrales. Son causadas por algún elemento debido al traslape entre la longitud de onda de este elemento que está interfiriendo y la del analito de interés. También son causadas por la radiación, absorción, reflexión y emisión de cuerpos opacos producidos durante el ciclo de atomización. Este tipo de interferencias es poco comunes en la técnica de absorción atómica, pero en caso de presentarse, las formas de superarlas es utilizando lámparas de un solo elemento (no multielementales) y/o utilizando la técnica de adición de estándares.
- 12.2.4 Interferencias por incandescencia. Estas se presentan por saturación del detector de la señal de emisión proveniente de la incandescencia del tubo de grafito, especialmente a longitudes de onda alrededor de 500 nm y a temperaturas de atomización mayores de 2,500°C. Este tipo de interferencias se pueden corregir utilizando anchos de ranura (slit en inglés) con altura reducida.
- 12.2.5 Interferencias de memoria. Se presentan cuando se analizan muestras con concentraciones altas de un elemento, produciendo señales falsas en las lecturas siguientes por acumulación del mismo dentro del tubo de grafito. Este tipo de interferencias puede eliminarse asignando temperaturas de limpieza (100°C a 200°C después de la temperatura de atomización) o utilizando tubos con cubierta pirolítica.
- 12.2.6 Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por horno de grafito se recomienda ver manual del fabricante.

NOTA.- Para el adecuado uso de los modificadores, plataformas y corrector de fondo, es necesario consultar la información proporcionada por el proveedor del instrumento.

Para los elementos que presenten interferencias significativas se recomienda el uso de la técnica de adición de estándares.

12.3 Generador de hidruros

- 12.3.1 Las interferencias en generador de hidruros se presentan por presencia de otros elementos o moléculas presentes en la muestra. Los efectos se ven reflejados en una disminución de la cantidad de hidruro formado y por lo tanto en una disminución de la señal analítica. La forma de eliminar este tipo de interferencias es modificando la concentración del ácido y/o del borohidruro de sodio.

- 12.3.2 Para las interferencias específicas de cada elemento en el análisis de metales por generador de hidruros se recomienda ver manual del fabricante

13 SEGURIDAD

- 13.1 Para el muestreo se necesita tener los cuidados que se establecen en la norma mexicana NMX-AA-003 (ver 2 Referencias).
- 13.2 No se ha determinado la carcinogenicidad de todos los reactivos con precisión, por lo que cada sustancia química debe tratarse como potencialmente peligrosa para la salud. La exposición a estas sustancias debe reducirse al menor nivel posible.
- 13.3 Este método puede no mencionar todas las normas de seguridad asociadas con su uso. El laboratorio es responsable de mantener un ambiente de trabajo seguro y un archivo de las normas de seguridad respecto a la exposición y manejo seguro de las sustancias químicas especificadas en éste método. Debe tenerse un archivo de referencia de las hojas de información de seguridad el cual debe estar disponible a todo el personal involucrado en estos análisis.
- 13.4 El borohidruro de sodio es una sustancia tóxica, flamable y corrosiva.
- 13.5 Se requiere el uso de una campana de extracción, ropa de protección, lentes de seguridad y mascarilla cuando se preparan las soluciones donde las reacciones entre el disolvente y el soluto son exotérmicas, esto es, óxido de lantano en solución ácida. Se requieren iguales precauciones cuando se diluyen, ácidos fuertes, debe evitarse el contacto con la piel y vías respiratorias.
- 13.6 Se requiere de un sistema de ventilación permanente para eliminar una gran cantidad de gases calientes y algunas veces tóxicos producidos por el quemador durante la operación del instrumento. Como el acetileno es un gas flamable deberán tomarse las precauciones adecuadas cuando se use. Para evitar explosiones nunca pase el acetileno a través de instalaciones o tuberías de cobre o aleaciones con alto contenido de cobre (latón, bronce). Si el espectrofotómetro no está equipado con un escudo protector, el operador deberá usar lentes de seguridad para atenuar la luz ultravioleta emitida por la flama. El óxido nitroso es un gas que se usa como anestésico, por lo que el lugar debe estar bien ventilado.
- 13.7 Los gases oxidantes deben separarse de los gases reductores mediante una pared a prueba de fuego.

- 13.8 Seguir cuidadosamente las guías de operación del fabricante del equipo para optimizar la velocidad del flujo de gas. Si no se emplean las precauciones adecuadas, puede resultar una combustión peligrosa dentro de la cámara de mezcla de los gases.
- 13.9 Para evitar explosiones en la línea, no permitir que la presión de llegada del acetileno al instrumento exceda $1,06 \text{ kg/cm}^2$ (15 psi).
- 13.10 Cuando se usa óxido nitroso como oxidante, debe utilizarse una cabeza de quemador de 50,8 mm de diámetro, ya que utilizando una cabeza de 101,6 mm (4-in) ocurre un regreso de la flama. La flama de óxido nitroso debe encenderse usando primero una combinación de aire-acetileno y luego cambiar a óxido nitroso-acetileno. El óxido nitroso nunca debe pasarse a través de líneas que contengan residuos de aceites o grasas, ya que puede causar una explosión.
- 13.11 Revisar que el tubo del desagüe de la cámara de mezcla de gas esté lleno con agua antes de comenzar cualquier análisis. Se recomienda el uso de una trampa de seguridad o de cualquier válvula. Siga las instrucciones del fabricante para mantener una presión positiva en el sello del líquido.
- 13.12 Dada la alta toxicidad del berilio, plomo, cadmio, níquel, mercurio, antimonio, plata, bario, cromo, así como todos los pasos de preparación y digestión de las muestras, extremar las precauciones de manejo de todas las disoluciones y utilizar un cuarto bien ventilado.
- 13.13 El arsénico, el selenio y sus correspondientes hidruros son tóxicos. Manéjese con cuidado.
- 13.14 Los compuestos del antimonio son irritantes para la piel y las membranas de las mucosas.
- 13.15 La inhalación de los vapores de manganeso han sido reportados como tóxicos para el ser humano.

14 MANEJO DE RESIDUOS

- 14.1 Es la responsabilidad del laboratorio cumplir con todos los reglamentos federales, estatales y locales referentes al manejo de residuos, particularmente las reglas de identificación, almacenamiento y disposición de residuos peligrosos.

- 14.2 Cada laboratorio debe contemplar dentro de su programa de control de calidad (CC) el destino final de los residuos generados durante la determinación.
- 14.3 Confinamiento. El laboratorio debe contar con áreas especiales, que tengan señalamientos adecuados, para almacenar temporalmente las soluciones contaminadas con metales pesados.
- 14.4 Los desechos ácidos deben neutralizarse para poder transportarlos a su disposición final.
- 14.5 Todas las muestras que cumplan con la norma de descarga al alcantarillado pueden descargarse en el mismo.

15 APÉNDICES NORMATIVOS

15.1 Apéndice normativo A - Definiciones estadísticas

- Introducción

En la cuantificación de elementos en matrices de aguas naturales, potables y residuales, es de suma importancia que la curva de calibración sea confiable con respecto al intervalo que puede utilizar para cuantificar concentraciones desconocidas de patrones y muestras. El siguiente instructivo de trabajo tiene por finalidad determinar este intervalo con patrones y con muestras y patrones.

1. Según la definición del Límite de Detección del Instrumento (LDI) y Límite de Cuantificación del Instrumento (LCI).

$$Y_{LDI} = Y_B + 3S_B$$

$$Y_{LCI} = Y_B + 10S_B$$

2. Obtención de los valores de absorbancia $Y_{i,n}$ de los puntos de la curva de calibración, donde el número de estándares (i), podrán estar en el intervalo ($5 \leq i \leq 10$) y el número de réplicas (n) pueden estar entre ($7 \leq n \leq 10$) para flama y ($3 \leq n \leq 5$) para horno y generador de hidruros y vapores.

De cada serie de datos se obtiene la desviación estándar (S_i) y el promedio de la absorbancia (\bar{Y}_i), con éstos dos últimos se calcula el coeficiente de variación (CV_i).

3. Comprobación visual de la linealidad entre las absorbancia promedio (Y_i) y la concentración graficando \bar{Y}_i vs X_i
4. Determinar el coeficiente de correlación lineal.

$$r = \frac{n(\sum XY) - (\sum X)(\sum Y)}{\sqrt{[n\sum X^2 - (\sum X)^2][n\sum Y^2 - (\sum Y)^2]}}$$

Si $r \geq 0,99$ se acepta. Si no se rechaza y regresamos al punto 2.

5. Si se cumplen las condiciones (3) y (4), se calcula la pendiente (b) y el punto de intersección (a) de la recta en el eje Y, por medio del método de los mínimos cuadrados:

$$y = a + b x$$

6. Calculo de las desviaciones $S_{y/x}$ entre los valores calculados por medio de la línea recta (\hat{Y}_i) y los valores experimentales (\bar{Y}_i).
- 6.1 Calcular los valores de la absorbancia (\hat{Y}_i) sustituyendo en la línea recta las concentraciones (X_i):

$$X_1 \rightarrow \hat{Y}_1, X_2 \rightarrow \hat{Y}_2, X_3 \rightarrow \hat{Y}_3, \dots, X_i \rightarrow \hat{Y}_i$$

- 6.2. Con los datos anteriores obtener $S_{y/x}$

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum (\bar{Y}_i - \hat{Y}_i)^2}{(n-2)}}$$

- 6.3. Por definición $S_{y/x}$ es igual a la desviación estándar del blanco (S_B) y el término independiente de la línea recta (a) es igual a la absorbancia del blanco (Y_B).

7. Con los valores obtenidos calcular (Y_{LDI} , Y_{LCI}). Sustituyendo estos valores en la ecuación de la línea recta, calcular las concentraciones correspondientes: X_{LDI} y X_{LCI} . Con el valor X_{LCI} tenemos el primer punto confiable de la línea recta.

8. Obtención del Límite Superior de Linealidad (LSL) para esta serie de puntos. Comparar el coeficiente de variación (CV_i), obtenido para cada punto aceptándolo si cumple con el criterio $CV_i \leq 3\%$. Si los puntos de concentraciones mas altas de la recta cumplen con este criterio se aceptan y tendremos el LSL de la curva.

Con el LCI y el LSL se obtiene el intervalo lineal confiable de la línea recta.

9. Disminución del Límite de Cuantificación del Instrumento (LCI).

En algunos casos se podrá hacer uso de la curva para cuantificar desde un valor inferior al obtenido, aplicando los puntos inferiores al LCI, el criterio de $CV_i \leq 3\%$, si se cumple con este criterio el punto LCI se podrá recorrer a concentraciones inferiores, ampliando el intervalo lineal hacia concentraciones más bajas.

10. Determinación de los Límites de Detección (LDM), Límites de Cuantificación (LCM) y límite superior de linealidad (LSLM) con la matriz de la muestra.

Se procede en forma similar a como se procedió en el punto 2, con la absorbancia de los patrones.

- a) Se elige una muestra con bajo contenido de metales < LCI.
 - b) Se añaden a la muestra de 5 a 10 concentraciones conocidas y se leen de 7 a 10 veces.
 - c) La absorbancia promedio de la muestra Y_{im} se obtiene restando a la lectura de la muestra adicionada la lectura de la muestra sin adicionar, para cada adición.
 - d) De cada serie de replicas se obtiene la desviación estándar (S_{im}) el promedio de las réplicas \bar{Y}_{im} y con estos valores se calcula el coeficiente de variación.
 - e) Comprobar la linealidad analizando las muestras
11. El resto de los cálculos se realiza siguiendo la secuencia de los incisos: 3, 4, 5, 6, 7, 8, y 9. Con esto se deben obtener los valores correspondientes al método.
12. Media (\bar{X}). \bar{X} es la media de un número finito de mediciones repetidas ($n < 30$). Es la estimación de la media (μ) o el promedio, de la distribución de valores aleatorios y se calcula como:

$$\bar{X} = \frac{(\sum X_i)}{n - 1}$$

donde:

n es igual al número de mediciones.

13. Desviación estándar de la distribución normal, se define como:

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \mu)^2}{n}}$$

para un número infinito de determinaciones.

Para un número finito de determinaciones; σ se estima por medio de s y se calcula como:

$$s = \sqrt{\frac{\sum_i (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}$$

14. Amplitud de la dispersión de la distribución normal ($\mu \pm i s$) y su probabilidad:

Probabilidad de la fracción de los valores-Intervalo de Confianza. ($\bar{X} \pm S$ con n)

68,27 %	$\mu \pm \sigma$
95,45 %	$\mu \pm 2\sigma$
99,70 %	$\mu \pm 3\sigma$

15. Error estándar de la media (σ_μ)

Es la desviación estándar (σ) dividida por la raíz cuadrada del número de valores, ó

$$\frac{\sigma}{\sqrt{n}}$$

Esto significa que otra muestra de la misma población tendrá una media dentro de algunos múltiplos de ésta. En la practica se dispone de un pequeño número de valores promedio, por lo tanto el intervalo de confianza de la media se expresa como

$$\bar{x} \pm \frac{t_{0,95\%} S}{\sqrt{n}}$$

el valor de $t_{95\%}$ se consulta en tablas para n determinaciones, donde $n \geq 2$

16. Desviación estándar relativa (DER) o coeficiente de variación (CV).

Este se expresa comúnmente en porcentaje como:

$$CV = 100 \frac{\sigma}{\mu}$$

y su estimación como:

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

Esta magnitud normaliza la desviación estándar y facilita el hacer comparaciones directas entre análisis que incluyen un amplio intervalo de concentración.

17. Límite de Detección (LD) para el elemento de interés. Es la cantidad de concentración de analito que proporciona una señal igual a la del blanco (Y_B) mas tres veces la desviación estándar del blanco (S_B).

$$Y_{LD} = Y_B + 3 S_B$$

18. Límite de Cuantificación o Límite de Determinación (LC). Es considerado como el límite más bajo para mediciones cuantitativamente precisas y se sugiere que sea una señal igual a la del blanco (Y_B) mas diez veces la desviación estándar del blanco (S_B).

$$Y_{LC} = Y_B + 10 S_B$$

15.2 Apéndice normativo B - Agua Tipo I y Tipo II

El agua que se utiliza en la preparación de muestras y patrones debe cumplir con las siguientes características:

	Agua tipo I	Agua tipo II
Tipo de análisis	Concentración en trazas intermedia y alta	Concentración intermedia y alta
Resistividad (megohm-cm a 25°C)	18	>10
Conductividad ($\mu S / cm$ a 25°C)	$\leq 0,06$	<0,1

- En el análisis de trazas de metales en agua por horno de grafito las soluciones patrón deben ser preparadas con Agua Tipo I.
- Para eliminar los iones de Hierro del agua se ajusta el pH entre 7 y 7,5 y se airea para pasar el hierro Fe II a Fe III y después filtrar por una membrana de 0,2 micras.

- Para eliminar el Silicio del agua se ajusta el pH entre 2 y 3 y se filtra por una membrana de 0,2 micras.

15.3 Apéndice normativo C - Preparación de soluciones patrón

Los patrones primarios pueden ser soluciones certificadas y/o preparadas en el laboratorio.

La preparación se podrá hacer a partir de trisoles, sales del elemento de interés o a partir de metales, siempre y cuando cumplan con las especificaciones de pureza.

Las sales deben ser certificadas por un organismo autorizado y tener una pureza del 99 % y los metales de 99,9 % como mínimo.

Deben ser conservados bajo condiciones controladas de humedad, temperatura y medio oxidante que garantice sus características de pureza.

- Reactivos
 - a. Agua libre de metales Tipo I.
 - b. Los ácidos grado reactivo, suprapuro o equivalente siempre y cuando la concentración del elemento de interés se encuentre a nivel de trazas.
 - c. Solución de calcio. Disolver 630 mg de CaCO_3 , en 50 ml de 1 + 5 HCl. Si es necesario, hervir cuidadosamente para obtener una completa disolución. Enfriar y diluir a 1 000 ml con agua.
 - d. Ácido clorhídrico, al 1 %, 10 %, 20 % (v/v), 1 + 5, 1 + 1 y concentrado.
 - e. Ácido nítrico, al 2 % (v/v), 1+1 y concentrado.
 - f. Ácido sulfúrico, al 1 % (v/v).
 - g. Ácido fluorhídrico, IN.
 - h. Solución de lantano. Disolver 58,65 g de óxido de lantano, La_2O_3 , en 250 ml de HCl concentrado. Adicionar lentamente el ácido, hasta la disolución total y diluir a 1 000 ml con agua.
 - i. Peróxido de hidrógeno, al 30%.
 - j. Agua regia. Adicionar tres volúmenes de HCl concentrado a un volumen de HNO_3 concentrado.

- Soluciones patrón
 - Preparar una serie de soluciones patrón de metales, en la concentración y rango óptimos, por medio de la dilución adecuada de la siguiente solución stock de metales con agua conteniendo 1,5 ml de HNO₃/L.
 - Secar los reactivos antes de utilizarlos.
 - Para hidratos utilizar reactivos recientes.
- 1) Aluminio. Disolver 0,100 g de Aluminio metálico en una mezcla ácida de 4 mL de HCl 1 + 1 y 1 mL de HNO₃ en un vaso de precipitados. Transferir a un matraz de 1 L, adicionar 10 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Al.
 - 2) Antimonio. Disolver 0,266 9 g K(SbO)C₄H₄O₆ en agua, adicionar 10 mL + 1 HCl y diluir a 1 000 mL con agua, 1,00 mL = 100 µg Sb.
 - 3) Bario. Disolver 0,151 6 g de BaCl₂ (secar a 250° por 2 horas), en aproximadamente 10 mL de agua con 1 mL de HCl 1 + 1. Adicionar 10,0 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Ba.
 - 4) Berilio. No secarlo. Disolver 1,966 g de BeSO₄·4H₂O en agua, adicionar 10,0 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Be.
 - 5) Bismuto. Disolver 0,100 g de Bismuto metálico en un volumen mínimo de 1 + 1 HNO₃. Diluir a 1 000 mL con HNO₃ al 2% (v/v), 1,00 mL = 100 µg de Bi.
 - 6) Cadmio. Disolver 0,100 g de Cadmio metálico en 4 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 8 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua, 1,00 mL = 100 µg de Cd.
 - 7) Calcio: Suspender 0,242 9 g de CaCO₃ (secado a 180° por 1 h antes de pesarlo) en agua y disolver cuidadosamente con una mínima cantidad de 1 + 1 HNO₃. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg de Ca.
 - 8) Cesio. Disolver 0,126 7 de cloruro de cesio, CsCl, en 1 000 mL de agua; 1,00 mL = µg Cs.
 - 9) Cromo. Disolver 0,192 3 g de CrO₃ en agua. Cuando la disolución sea completa, acidificar con 10 mL de HNO₃ concentrado, y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Cr.

- 10) Cobalto. Disolver 0,100 0 g de cobalto metálico en una mínima cantidad de 1 + 1 HNO₃. Adicionar 10 mL de 1 + 1 HCl y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Co.
- 11) Cobre. Disolver 0,100 g de cobre metálico en 2 mL de HNO₃ concentrado, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Cu.
- 12) Estaño. Disolver 1,000 g de estaño metálico en 100 mL de HCl concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 1,00 µg Sn.
- 13) Estroncio. Suspender 0,168 5 g SrCO₃ en agua y disolver cuidadosamente con una mínima cantidad de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir con agua a 1 000 mL; 1 mL = 100 µg Sr.
- 14) Hierro. Disolver 0,100 g de alambre de hierro en una mezcla de 10 mL de HCl 1 + 1 y 3 mL de HNO₃ concentrado. Adicionar 5 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Fe.
- 15) Iridio. Disolver 0,114 7 g de cloroiridiato de amonio, (NH₄)₂IrCl₆, en un volumen mínimo de HCl al 1% (v/v) y diluir a 100 mL con HCl al 1%; 1,00 mL = 500 µg Ir.
- 16) Litio. Disolver 0,532 3 g de carbonato de litio, Li₂CO₃, en un volumen mínimo de HNO₃ 1 + 1. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Li.
- 17) Magnesio. Disolver 0,165 8 g de MgO en un volumen mínimo de HNO₃ 1 + 1, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado. Diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Mg.
- 18) Manganeso. Disolver 0,100 0 g de manganeso metálico en 10 mL de HCl concentrado mezclado con 1 mL de HNO₃ concentrado. Diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Mn.
- 19) Molibdeno. Disolver 0,204 3 g de (NH₄)₂MoO₄ en 1 000 mL de agua; 1,00 mL = µg Mo.
- 20) Níquel. Disolver 0,100 0 g de níquel metálico en 10 mL de HNO₃ concentrado y caliente, enfriar y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Ni.
- 21) Oro. Disolver 0,100 g de oro metálico en un volumen mínimo de agua regia. Evaporar a sequedad, disolver el residuo en 5 mL de HCl concentrado, enfriar y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Au.

- 22) Osmio. Obtener el estándar 0,1 M de solución de tetróxido de osmio y guardarlo en frasco de vidrio; 1,00 mL = 19,02 mg Os. Hacer diluciones diariamente conforme se utilice usando H₂SO₄ al 1% (v/v). PRECAUCIÓN: OsO₄ es extremadamente tóxico y volátil.
- 23) Paladio. Disolver 0,100 g de alambre de paladio en un volumen mínimo de agua regia y evaporar a sequedad. Adicionar 5 mL de HCl concentrado, 25 mL de agua y calentar a disolución completa. Disolver el residuo en 20 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 ml con agua; 1,00 mL = 100 µg Pt.
- 24) Plata. Disolver 0,157 5 g de nitrato de plata (AgNO₃) en 100 mL de agua, adicionar 10 mL de ácido nítrico concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Ag.
- 25) Platino. Disolver 0,100 0 g de platino metálico en un volumen mínimo de agua regia y evaporar a sequedad. Adicionar 5 mL de HCl concentrado y 0,1 g de nace y evaporar nuevamente a sequedad. Disolver el residuo en 20 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pt.
- 26) Plomo. Disolver 0,159 8 g de nitrato de plomo, Pb(NO₃)₂, en una mínima cantidad de HNO₃ 1 + 1, adicionar 10 ml de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Pb.
- 27) Potasio. Disolver 0,190 7 g de cloruro de potasio, Cl, (secado a 110°C) en agua y diluir a 1 000 mL. 1,00 mL = 100 µg K.
- 28) Renio. Disolver 0,155 4 g de perrenato de potasio, KReO₄, en 200 mL de agua. Diluir a 1 000 mL con H₂SO₄ al 1% (v/v); 1,00 mL = 100 µg Re.
- 29) Rodio. Disolver 0,386 g de hexaclordato de amonio, (NH₄)₆RhCl₆·1,5H₂O, en un volumen mínimo de HCl al 10% (v/v) y diluir a 1 000 mL con HCl al 10% (v/v); 1,00 mL = 100 µg Rh.
- 30) Rutenio. Disolver 0,205 g de cloruro de rutenio, RuCl₃, en un mínimo volumen de HCl al 20% (v/v) y diluir a 1 000 mL con HCl al 20% (v/v); 1,00 mL = 100 µg Ru.
- 31) Silicio. No secar. Disolver 0,473 0 g de Na₂SiO₃·9H₂O en agua. Adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 µg Si. Guardar en polietileno.
- 32) Sodio. Disolver 0,254 2 g de cloruro de sodio, NaCl, secado a 140°C, en agua, adicionar 10 mL de HNO₃ concentrado y diluir a 1 000 mL; 1,00 mL = 100µg Na.

- 33) Talio. Disolver 0,130 3 g de nitrato de talio, $TlNO_3$, en agua. Adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μg Tl.
- 34) Torio. Disolver 0,238 g de nitrato de torio, $Th(NO_3)_4 \cdot 4H_2O$ en 1 000 mL de agua; 1,00 mL = 100 μg Th.
- 35) Titanio. Disolver 0,396 0 g de cloruro de Titanio puro (99,8 ó 99,9%), $TiCl_4$, en una mezcla de volúmenes iguales de HCl 1N y HF 1N. Llevar con esta mezcla a 1 000 mL; 1,00 mL = 100 μg Ti.
- 36) Vanadio. Disolver 0,229 7 g de metavanadato de amonio, NH_4VO_3 , en una mínima cantidad de HNO_3 concentrado. Calentar para disolver. Adicionar 10 mL de HNO_3 concentrado y diluir a 1 000 mL con agua; 1,00 mL = 100 μg V.
- 37) Zinc. Disolver 0,100 g de Zinc metálico en 20 mL de HCl 1 + 1 y diluir a 1 000 mL en agua; 1,00 mL = 100 μg Zn.

15.4 Apéndice normativo D - Control de calidad

- Generalidades

El control de calidad objeto de este procedimiento es el control de calidad interno del laboratorio ya que el control de calidad externo o evaluación de calidad es realizada por organismos externos (CENAM, CNA, INE, EMA, etc.)

El control de calidad consiste al menos de siete elementos:

1. Certificación de la competencia del analista.
2. Recuperación de las adiciones conocidas.
3. Análisis de los patrones suministrados externamente.
4. Análisis de blancos de reactivos.
5. Calibración con patrones.
6. Análisis de duplicados.
7. Mantenimiento de cartas de control.

- Procedimiento

- Competencia de analista: la competencia del analista debe ser por medio de capacitación continua, supervisión y evaluaciones.

- Calibración con patrones: las calibraciones del instrumento deben ser con patrones de concentración conocida que de preferencia sea trazable a un organismo de certificación.
- Análisis de patrones de suministro externo y/o patrones internos preparados de forma independiente a los patrones utilizados en la curva de calibración.
- Participación en evaluaciones externas: Participar en las evaluaciones hechas por los organismos competentes en la materia y aplicar las acciones preventivas y correctivas de acuerdo a los resultados obtenidos.
- Curva de calibración

Formada por un blanco y tres a cinco patrones. La curva de calibración debe estar dentro del intervalo lineal de trabajo. Los puntos de la curva de calibración deben estar dentro del intervalo de concentraciones bajas (extremo inferior de la curva), intermedios (centro de la curva) y altas (extremo superior de la parte lineal de la curva).

- Verificación de línea base y curva de calibración. Analizar un blanco entre las lecturas de las muestras y una de las soluciones patrón de la curva cercana a la concentración de la muestra; la primera para comprobar la estabilidad de la línea base y la segunda para comprobar que el instrumento mantenga en forma aceptable las condiciones iniciales de calibración.

Emplear como guía el siguiente criterio: el valor obtenido del patrón de control fuera del 95 % a 105 % de la concentración esperada sugiere un problema potencial. Cuando el valor sobrepasa de 90 % a 110 % de la concentración esperada, la calibración se considera fuera de control por lo que es necesario hacer una corrección en el proceso. Las características de ejecución se tienen con la información de los gráficos de control, cuyos límites se calculan.

- Verificación de la respuesta del instrumento por medio de gráficos de control. Para verificar la respuesta de un instrumento en el tiempo a una concentración de un patrón, inicialmente optimizado el instrumento, se hacen de 10 a 20 lecturas de la concentración seleccionada y se gráfica en las coordenadas concentración contra tiempo. Con los datos se calcula la media del valor \bar{X} y la desviación estándar S . Utilizar los límites $\bar{X} \pm 2S$ y $\bar{X} \pm 3S$. Construir un gráfico para cada instrumento de análisis e introducir los resultados sobre él.

- Verificación de la exactitud del método. Añadir a una muestra de cada diez (o de cada grupo si son menos), una cantidad conocida del metal que interesa analizar para confirmar la recuperación. La adición debe estar entre 5 y 50 veces el límite de detección del método de preferencia en el punto medio (25 veces el LDM). La recuperación del metal añadido debe ser entre 85 % y 115 %.
- Verificación de la exactitud del método o de la ausencia de interferencias. Al analizar una matriz nueva o de la que no se conoce el efecto de matriz sobre la recuperación del analito, se usa el método de adiciones conocidas. Añadir a cada una de las muestras una cantidad conocida de metal entre 5 y 50 veces el LDM (límite de detección del método) y analizar para confirmar su recuperación. Una recuperación del metal añadido entre 85 % y 115 % indican que los efectos de matriz no son significativos.
- Verificación de el ensayo. Después de cada diez muestras (o de cada grupo si son menos) analizar una solución patrón, con objeto de confirmar que el ensayo este bajo control.
- Verificación de la reproducibilidad del método. En cada grupo de diez muestras meter una muestra duplicada.
- Verificación de la limpieza del material de vidrio y/o plástico. Analizar un blanco de reactivos procesado igual que la muestra. Si los resultados con el blanco dan concentraciones por encima del límite de detección del método ($Y_B > LDM$) repetir la preparación de las muestras empleando reactivos o materiales de vidrio y/o plástico mas limpios. $LDM = Y_B + 3 S_B$.
- Verificación de la calidad analítica del laboratorio. Se recomienda en forma semestral o anual por medio de pruebas inter-laboratorio organizadas en forma externa a nivel Nacional e Internacional por organismos públicos o privados.

15.5 Apéndice normativo E - Digestión de muestras por horno de microondas y/o autoclaves

- Introducción

La digestión ácida de muestras de agua natural y/o potable es una etapa muy importante del proceso de análisis de la muestra.

La digestión en recipientes cerrados de teflón usando como fuente de energía un horno de microondas y/o autoclave es un proceso eficiente que se refleja en rapidez, ahorro de reactivos y disminución de emisiones a la atmósfera.

- Equipo y accesorios

1. Sistema de calentamiento por microondas capaz de liberar de 575 W a 1 000 W de potencia. La unidad debe ser capaz de ajustar la potencia a 1 % en un segundo de tiempo, contar con un sistema de control de presión dentro de uno de los vasos y un sistema de ventilación de 2,8 m³/min.
2. Sistema de calentamiento por autoclave debe tener una válvula de seguridad que se abra a 15 libras de presión de vapor y un manómetro para indicar la presión interna.
3. Vasos cerrados de teflón de 100 mL de capacidad. El vaso debe ser transparente a los microondas y capaz de soportar una presión interna de 100 o más psi y una temperatura de 200°C. El vaso debe tener válvula de seguridad con una membrana de ruptura para prevenir la posible ruptura del vaso o que salga disparada la tapa.
4. Los vasos usados para digestión en autoclave pueden ser los mismos u otros vasos que soporten 15 libras y 125° C por tiempos que pueden ser dos o tres veces mayores que los tiempos de digestión en microondas.
5. Los ácidos utilizados deben ser de alta pureza para el análisis de trazas.

- Procedimiento

En un vaso de teflón de 100 mL transfiera 50 mL de la muestra. Marque y pese los vasos con el contenido.

- a. Si la muestra se analiza por flama, añadir 3 mL de ácido nítrico y 2 mL de ácido clorhídrico.
- b. Si la muestra se analiza por horno de grafito añadir 5 mL de ácido nítrico suprapur.
- c. Tapar los recipientes herméticamente y programar el microondas según las instrucciones del fabricante.
- d. El periodo de digestión puede variar de 30 min a 50 min dependiendo de las características de la muestra y de la potencia aplicada.
- e. Sacar y enfriar a temperatura ambiente los vasos del horno de microondas y/o sumergir en agua fría.

- f. Agitar para mezclar la solución y ventilar a la atmósfera para evitar cualquier tipo de presión de gas dentro de los vasos y quitar los tubos de ventilación.
- g. Pesar cada vaso en frío y si hay una pérdida de presión mayor de 0,5 g, abrir el vaso y añadir una cantidad de agua tipo I para igualar el peso perdido. Tapar y agitar el vaso.
- h. Abrir y filtrar si se requiere para retener silicatos y otros materiales insolubles. No lave o diluya la muestra digerida. El volumen final de la muestra es de 55 mL.

NOTA.- Para usar el autoclave como fuente de energía en la digestión de la muestra, se sigue el mismo procedimiento, excepto que el tiempo de la digestión se duplica como mínimo.

15.6 Apéndice normativo F - Determinación de metales en trazas por extracción con metil isobutil cetona (MIBK)

Determinación cuantitativa de trazas de metales en aguas por espectroscopia de absorción atómica en flama.

Este método cubre la determinación de Al, Ag, Cd, Co, Cr, Fe, Mn, Ni, Pb, V y Zn entre otros.

A una cantidad representativa de la muestra homogeneizada hacer una quelación y extracción con solvente orgánico. Este método está basado en la quelación del metal con ligandos orgánicos y su subsecuente extracción con solvente orgánico metil isobutil cetona (MIBK).

Se utilizan como agentes quelantes: ditiocarbamato pirrolidin de amonio (APDC); dietil ditiocarbamato de sodio (NaDDC) y sal de amonio de nitrosufenilhidroxilamina (KUPFERRON).

Para evitar problemas asociados con la inestabilidad de los complejos de metal extraídos determine los metales inmediatamente después de la extracción.

Son usados otros quelantes y otros solventes orgánicos para otros elementos de interés en el análisis de aguas.

- Equipo

Espectrofotómetro de absorción atómica y el equipo asociado para leer en flama solventes orgánicos. Consultar el manual de operación del fabricante.

- Reactivos y materiales

Los reactivos utilizados deben ser de alta pureza (grado espectrográfico).

1. Metil isobutil cetona (MIBK) grado reactivo.
2. APDC (amino pirrolidin ditiocarbamato) en solución al 1 % : Pesar 0,05 g de APDC por cada muestra incluyendo patrones (0,75 g de APDC + 75 mL MIBK + 75 mL agua) disolver agitando y recuperar la fase acuosa, purificar añadiendo un volumen igual de MIBK, agitar, separar en embudo de separación. Airear la fase acuosa para eliminar totalmente la MIBK y que la solución este transparente. La fase acuosa es la que se utiliza para añadir a las muestras y patrones.
3. NaDDC (dietil ditiocarbamato de sodio) al 5,2 %: Pesar 6,5 g de NaDDC + 125 mL de agua + 10 mL de MIBK agitar fuertemente. En embudo de separación separar fase acuosa y desechar la fase orgánica, repetir la operación con 10 mL de MIBK agitar de nuevo y desechar la MIBK. Airear la fase acuosa para eliminar totalmente la MIBK y que la solución este transparente. La fase acuosa es la que se utiliza para añadir a las muestras y patrones.
4. Solución de Ftalato de Potasio ($C_8H_5KO_4$) al 20 %: Pesar 20,4 g de Ftalato de Potasio + 2,8 mL de Ácido Clorhídrico 1M aforar a 100 mL con agua. De esta solución añadir 2 mL a cada una de las muestras, patrones y blanco.
5. Sal de Amonio de Nitrosufenilhidroxilamina (Kupferron) en solución al 5%: Pesar 2,5 g de Kupferron + 50 mL de Ácido Clorhídrico 0,33 M + 50 mL MIBK, agitar fuertemente por 1 min. En embudo de separación dejar reposar para separar las fases descartar la fase acuosa añadir 50 mL de agua desionizada agitar y descartar la fase acuosa asegúrese que nada de la fase acuosa permanece en el tronco del embudo. La fase orgánica es la que se utiliza para añadir a las muestras y patrones.
6. Agua libre de metales: Suficiente cantidad de muestra de agua se somete al tratamiento de extracción de metales y para obtener mayor pureza posteriormente añadir MIBK y agitar; separar las fases y desechar la orgánica, repetir la operación y airear para eliminar totalmente la MIBK. Esta agua libre de metales se utiliza en la preparación de patrones.



- Preparación de la muestra

Las aguas residuales, requieren en general, un tratamiento previo antes del análisis de acuerdo a la normatividad aplicable, a continuación se presentan algunas alternativas.

Filtrar las muestras si es necesario.

Poner el volumen según el método elegido en un vaso de precipitado y ajustar al pH como se indica en la tabla 1.

Pasar a botellas de polipropileno para añadir el quelante y el solvente con buretas graduadas como se indica en la tabla 1F.

La solución de kupferron agregarla directamente, es el reactivo ya preparado con la MIBK.

Método 1 agitar mecánicamente por 30 min y pasar a un embudo de separación. La fase acuosa agua libre de metales se utiliza para preparación de patrones y la fase orgánica es la muestra problema para su análisis en el equipo.

Método 2 agitar mecánicamente por 2 min y pasar a embudo de separación. La fase acuosa agua libre de metales se utiliza en la preparación de patrones y la fase orgánica es la muestra problema para su análisis en el equipo.

Método 3 agitar mecánicamente por 2 min y medio y pasar a embudo de separación. La fase acuosa agua libre de vanadio se utiliza en la preparación de patrones y la fase orgánica es la muestra problema para su análisis en el equipo.

Ejemplo de preparación de patrones para los diferentes métodos:

En la preparación de las soluciones patrón la eficiencia de la extracción para los complejos APDC, NaDDC, Kupferron se ve afectada por las diferentes matrices por lo que deben ser preparadas en igual matriz como se describe en el inciso 6 con el agua libre de metales.

TABLA 1F.- Sistemas de extracción con metil isobutil cetona (MIBK)

Agente Quelante		<u>Método 1</u>	<u>Método 2</u>	<u>Método 3</u>
		<u>APDC 1%</u> 5 mL	<u>NaDDC 5,2%</u> 7 mL	<u>Solución de KUPFERRON</u> 5 mL
Solvente		MIBK 25 mL	<u>MIBK</u> 15 mL	
<u>Volumen de muestra</u>		<u>Ajustar el rango de pH para la extracción completa según método</u>		
Método 1	500 mL	3 a 5		
Al, Ag, Cd, Cu, Fe, Ni, Pb, Zn				
Método 2	100 mL + 8 gotas de ácido clorhídrico concentrado + 2 mL sol. De phtalato de potasio al 20 %		3,6	
Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn				
Método 3	10 mL de patrón de 0,4 mg/L se afora a 100 mL con muestra			1,0
V (método adición de estándares)				

Método 1. En matraz de 500 mL preparar para la curva de calibración en el equipo los patrones como se indica en tabla 2 F, aforando con agua de mar libre de metales.

TABLA 2 F.- Concentraciones de patrones

Elementos	Patrón 1 mg/L	Patrón 2 mg/L	Patrón 3 mg/L	Patrón 4 mg/L	Blanco mg/L
Co, Cu, Ni, Pb	0,005 0	0,010 0	0,020 0	0,040 0	0,000
Ag, Cd	0,001 0	0,002 0	0,004 0	0,008 0	0,000
Al, Fe	0,025 0	0,050 0	0,100 0	0,200 0	0,000
Zn	0,000 5	0,001 0	0,002 0	0,004 0	0,000

Método 2. En matraz de 100 mL preparar a partir de patrón certificado del elemento las siguientes concentraciones como se indica en la tabla 3 F aforando con agua libre de metales.

TABLA 3 F.- Concentraciones de Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn

Elemento	Concentraciones mg/L	Aforar a 100 mL Con agua libre de metales
Co, Cu, Fe, Mn, Ni, Pb, Zn	Bco. 0,00, 0,010, 0,025, 0,050 y 0,100	

Método 3. Determinación de vanadio (método adición de estándares): en matraz de 100 mL preparar a partir de patrón certificado del elemento las siguientes concentraciones como se indica en la tabla 4 F.

TABLA 4 F.- Concentraciones de vanadio

Elemento	Concentraciones mg/L	Aforar a 100 mL Con agua libre de metales
V	0,02 , 0,04 y 0,08	

Preparar patrón de vanadio de 0,4 mg/L y añadir 10 mL a cada una de las muestras y aforar con muestra en matraz de 100 mL (queda el patrón de 0,04 mg/L adicionado en cada muestra).

15.7 Apéndice normativo G - Digestión de muestras para la determinación de mercurio por generación de vapor frío en equipos por lote o continuos

- Introducción

El mercurio en las muestras de aguas naturales, potables y residuales, puede estar presentar en forma inorgánica, orgánica y elemental. La generación de vapores a partir de cada una de las formas, por medio de la reducción con cloruro estannoso, no es igual, por lo que se requiere de una digestión para oxidar los diferentes mercurios y pasen a la forma de (Hg⁺⁺).

- Reactivos

- Agua Tipo I.
- Solución patrón de mercurio.
- Ácido nítrico concentrado (HNO_3)
- Solución de permanganato de potasio (KMnO_4) al 5 %.
- Solución de persulfato de potasio ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$) al 5 %.
- Solución de cloruro de sodio con sulfato de hidroxilamina: disolver 12 g de NaCl y 12 g de $(\text{NH}_2\text{OH})\text{H}_2\text{SO}_4$ en agua y aforar a 100 mL. Se puede sustituir por cloruro de hidroxilamina al 10 %.
- Solución de cloruro estannoso al 10 % en HCl al 20 % o como lo indique el fabricante del equipo.
- Ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado.

- Procedimiento de digestión y estandarización

Preparar la solución de trabajo de 100 $\mu\text{/L}$ (0,1 mg/L) a partir de la solución patrón de 1 000 mg/L de mercurio.

Tomar la cantidad de muestra y patrones necesarios según las indicaciones del fabricante del equipo.

Preparar 100 mL de cada uno de los patrones de trabajo, del blanco y de la muestra, procediendo de acuerdo a la secuencia presentada en la tabla 1 G.

1. Paso 1. Cantidad en mL de blanco, patrones y muestra.
2. Paso 2. Concentración de mercurio en los patrones de trabajo y la concentración desconocida de la muestra(X).
3. Paso 3. Añadir 2 mL de H_2SO_4 .
4. Paso 4. Añadir 1 mL de HNO_3 .
5. Paso 5. Añadir la solución de permanganato de potasio hasta que permanezca el color (puede ser menos o mas de la indicada en la tabla 1 G) y reposar por 15 min para asegurar la oxidación total. Cuando la matriz de la muestra está baja en material orgánico se aumenta el tiempo de reposo de 15 min a mínimo 2 h y se continua en el paso 7 y 8.
6. Paso 6. Añadir la solución de persulfato de potasio y calentar en baño maría a 95°C por 2 h. Enfriar a temperatura ambiente.
7. Paso 7. Añadir la cantidad necesaria de la solución de hidroxilamina para reducir el exceso de permanganato (decoloración de la muestra).

TABLA 1 G.- Procedimiento de digestión y estandarización

Paso 1	Paso 2	Paso 3	Paso 4	Paso 5	Paso 6	Paso 7
Poner en un frasco mL	Hg mg/L	H ₂ SO ₄ Concentrado mL	HNO ₃ Concentrado ML	Solución KMnO ₄ mL	Solución K ₂ S ₂ O ₈ mL	Solución Hidroxilamina a que desaparezca el color
100 blanco	0,000 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 1	0,000 5	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 2	0,001 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 3	0,002 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 patrón 4	0,005 0	2	1	6	3,2	0 - X
100 muestra	X	2	1	6	3,2	0 - X

8. Paso 8: Añadir la solución de cloruro estanoso para liberar el mercurio en estado basal. El vapor atómico de mercurio es llevado a la celda de absorción para su detección.

Para el caso de mercurio utilizando el boro hidruro de sodio se realiza una digestión ácida.

16 BIBLIOGRAFÍA

- NOM-001-ECOL-1996 Que establece los límites máximos permisibles de contaminantes en las descargas de aguas residuales en aguas y bienes nacionales.
- NOM-008-SCFI-1993 Sistema general de unidades de medida, publicada en el Diario Oficial de la Federación el 14 de octubre de 1993.



NMX-AA-003-1980 Aguas residuales - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 25 de marzo de 1980.

NMX-AA-014-1980 Cuerpos receptores - Muestreo. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el . Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 5 de septiembre de 1980.

NMX-AA-089/1-1986 Protección al ambiente - Calidad del agua - Vocabulario - Parte 1. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 15 de julio de 1986.

NMX-AA-115-SCFI-2001 Análisis de agua - Criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

NMX-AA-116-SCFI-2001 Análisis de agua - Guía de solicitud para la presentación de métodos alternos. Declaratoria de vigencia publicada en el Diario Oficial de la Federación el 17 de abril de 2001.

Standard Test Methods for Elements in Water by Metals Atomic Absorption Spectroscopy, American Society for Testing and Materials, USA, ASTM Committee on Standards, Philadelphia PA, vol. 11.01 1994.

Method 200.9, "Determination of Trace Elements by Stabilized Temperature Graphite Furnace Atomic.

Criterios Ecológicos de Calidad del Agua, publicados en el Diario Oficial de la Federación el 13 de diciembre de 1989.

Methods "Metals by atomic Absorption Spectrometry", Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, USA, American Public Health Association (APHA), Washington, DC 20005, 19th Edition 1995



17 CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES

Esta norma mexicana no es equivalente a ninguna norma internacional por no existir referencia alguna al momento de su elaboración.

MÉXICO D.F., A
DIRECTOR GENERAL DE NORMAS

MIGUEL AGUILAR ROMO

NMX-AA-051-SCFI-2001

**ANÁLISIS DE AGUA - DETERMINACIÓN DE METALES POR
ABSORCIÓN ATÓMICA EN AGUAS NATURALES, POTABLES,
RESIDUALES Y RESIDUALES TRATADAS - MÉTODO DE
PRUEBA (CANCELA A LA NMX-AA-051-1981)**

**WATER ANALYSIS - DETERMINATION OF METALS BY ATOMIC
ABSORPTION IN NATURAL, DRINKING, WASTEWATERS AND
WASTEWATERS TREATED - TEST METHOD**



P R E F A C I O

En la elaboración de la presente norma mexicana participaron las siguientes empresas e instituciones:

- CASA ROCAS, S.A. DE C.V.
- CENTRO DE SERVICIOS QUÍMICOS DE AGUASCALIENTES
- CENTRO NACIONAL DE METROLOGÍA
- COMISIÓN ESTATAL DE AGUA Y SANEAMIENTO
- COMISIÓN FEDERAL DE ELECTRICIDAD
- COMISIÓN NACIONAL DEL AGUA
- COMITÉ TÉCNICO DE NORMALIZACIÓN NACIONAL DE PROTECCIÓN AL AMBIENTE
- CORPORACIÓN MEXICANA DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES
- FISHER SCIENTIFIC MEXICANA, S.A. DE C.V.
- GOBIERNO DEL DISTRITO FEDERAL
Dirección General de Construcción y Operación Hidráulica;
Dirección General de Normatividad y Apoyo Técnico.
- INSTITUTO MEXICANO DEL PETRÓLEO



- INSTITUTO NACIONAL DE ECOLOGÍA

- INSTITUTO POLITÉCNICO NACIONAL
Escuela Nacional de Ciencias Biológicas.

- INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES
Campus Monterrey.

- LABORATORIO DE ECOLOGÍA INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO DE PEMEX PERFORACIÓN Y MANTENIMIENTO DE
POZOS

- LABORATORIO DE QUÍMICA DEL MEDIO E INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO IDECA, S.A. DE C.V.

- LABORATORIO QUÍMICO INDUSTRIAL, S.A. DE C.V.

- LABORATORIOS ABC QUÍMICA, INVESTIGACIÓN Y ANÁLISIS, S.A. DE
C.V.

- MERCK- MÉXICO, S.A. DE C.V.

- NOVAMANN, S.A. DE C.V.
Laboratorio Control Químico.

- PERKIN ELMER DE MÉXICO, S.A. DE C.V.

- PETROQUÍMICA CANGREJERA, S.A. DE C.V.



- PETROQUÍMICA MORELOS, S.A. DE C.V.
- PETROQUÍMICA PAJARITOS, S.A. DE C.V.
- PROTECCIÓN AMBIENTAL Y ECOLOGÍA, S.A. DE C.V.
- SECRETARÍA DE MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES
Instituto Mexicano de Tecnología del Agua.
- SECRETARÍA DE SALUD
- SERVICIOS AMBIENTALES MULTIPLES E INGENIERÍA, S.A. DE C.V.
- SERVICIOS DE INGENIERÍA Y CONSULTORÍA AMBIENTAL, S.A. DE C.V.
- SISTEMA INTERMUNICIPAL DE AGUA POTABLE Y ALCANTARILLADO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MÉXICO
- UNIVERSIDAD AUTÓNOMA METROPOLITANA
Unidad Azcapotzalco.
- UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
Facultad de Química;
Instituto de Geofísica;
Instituto de Ingeniería.
- VARIAN, S.A. DE C.V.



ÍNDICE DEL CONTENIDO

Número del capítulo		Página
0	Introducción	1
1	Objetivo y campo de aplicación	1
2	Referencias	1
3	Principio del método	2
4	Definiciones	2
5	Equipo y materiales	8
6	Reactivos y patrones	10
7	Recolección, preservación y almacenamiento de muestras	11
8	Control de calidad	12
9	Calibración	13
10	Procedimiento	16
11	Cálculos	20
12	Interferencias	20
13	Seguridad	23
14	Manejo de residuos	24
15	Apéndices normativos	25
16	Bibliografía	45
17	Concordancia con normas internacionales	47