

VALIDACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE DETECCIÓN DE LOS METALES
CADMIO, NIQUEL Y PLOMO EN AGUA TRATADA POR ABSORCIÓN ATÓMICA
DE LLAMA EN EL LABORATORIO DE ANALISIS DE AGUAS Y ALIMENTOS DE
LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA.

CAROLINA OSPINA CASTAÑO
MÓNICA ZAPATA MORENO

UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA
FACULTAD DE TECNOLOGÍA
ESCUELA DE QUÍMICA
TRABAJO DE GRADO
PEREIRA
2012

VALIDACIÓN DE LA METODOLOGÍA DE DETECCIÓN DE LOS METALES
CADMIO, NIQUEL Y PLOMO EN AGUA TRATADA POR ABSORCIÓN ATÓMICA
DE LLAMA EN EL LABORATORIO DE ANALISIS DE AGUAS Y ALIMENTOS DE
LA UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA.

CAROLINA OSPINA CASTAÑO
1088266320

MÓNICA ZAPATA MORENO
1088253403

Trabajo de grado, presentado como requisito parcial para optar al título de:
TECNÓLOGA EN QUÍMICA

DIRECTOR: ARIEL FELIPE ARCILA ZAMBRANO

Químico Industrial

UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA
FACULTAD DE TECNOLOGÍA
ESCUELA DE QUÍMICA
PEREIRA
2012

VALIDACION DE LA METODOLOGIA DE LA DETECCION DE LOS METALES
NIQUEL, PLOMO, CADMIO EN AGUA TRATADA POR ABSORCION ATOMICA
DE LLAMA EN EL LABORATORIO DE ANALISIS DE AGUA Y ALIMENTOS DE
LA UNIVERSIDAD TECNOLOGICA DE PEREIRA.

CAROLINA OSPINA CASTAÑO

MONICA ZAPATA MORENO

CALIFICACION _____

ARIEL FELIPE ARCILA ZAMBRANO
QUIMICO INDUSTRIAL
DIRECTOR

CARLOS HUMBERTO MONTOYA NAVARRETE
QUIMICO INDUSTRIAL
JURADO

AGRADECIMIENTOS.

Ante todo agradecer a Dios por permitirnos terminar con éxito nuestro trabajo de grado.

A nuestras familias por su apoyo incondicional y por estar en los buenos y malos momentos que se nos presentaron a lo largo del camino, sin su apoyo no hubiera sido posible la culminación de este trabajo.

A nuestro Director Felipe Arcila Zambrano por compartir sus conocimientos y apoyarnos en todo este tiempo.

Al personal del Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira por facilitarnos todo el material, reactivos y su locación.

CONTENIDO.

1. Definición del problema.....	16
2. Justificación.....	17
3. Objetivos.....	18
3.1 Objetivos generales.....	18
3.2 Objetivos específicos.....	18
4. Marco Teórico.....	19
4.1 Agua potable.....	19
4.2 Características físicas, químicas y Biológicas del agua.....	20
4.2.1 Características Físicas.....	20
4.2.2 Características Químicas.....	21
4.2.3 Características Biológicas.....	23
4.3 Contaminación del agua.....	24
4.3.1 Contaminación natural.....	25
4.3.2 Contaminación de origen humano.....	25
4.3.2.1 Industria.....	25
4.3.2.2 Vertidos humanos.....	26
4.3.2.3 Navegación.....	26
4.3.2.4 Agricultura y ganadería.....	26
4.3.3 Sustancias químicas contaminantes del agua.....	26
4.3.3.1 Cadmio.....	27
4.3.3.2 Níquel.....	28
4.3.3.3 Plomo.....	29
4.4 Agua Residual.....	30
4.4.1 Características de las Aguas Residuales.....	31
4.5 Determinación de metales en agua.....	31
4.6 Espectroscopia de absorción atómica.....	32
4.6.1 Absorción.....	33
4.6.2 Formación de átomos libres.....	33
4.6.3 Producción de átomos libres en la llama.....	34
4.6.4 Ley de Beer- Lambert.....	34
4.6.5 Sistema de absorción atómica.....	35
4.6.5.1 Fuente de radiación.....	36
4.6.5.2 Atomizador.....	37
4.6.5.3 Monocromador.....	37
4.6.5.4 Fotomultiplicador.....	38
4.7 Interferencias.....	38
4.7.1 Interferencias Químicas.....	39
4.7.1.1 Formación de Compuestos poco volátiles.....	39
4.7.1.2 Equilibrios de disociación.....	39
4.7.1.3 Equilibrios de ionización.....	40
4.7.2 Interferencias Espectrales.....	41

4.8 Concepto de calidad.....	41
4.9 Validación de un método.....	42
4.10 Parámetros de la validación.....	42
4.10.1 Precisión.....	43
4.10.2 Desviación estándar.....	43
4.10.3 Coeficiente de variación.....	44
4.10.4 Limite de detección.....	44
4.10.5 Linealidad.....	45
4.10.6 Reproducibilidad.....	45
4.10.7 Porcentaje de recuperación.....	46
4.10.8 Exactitud.....	46
4.10.9 Limite de cuantificación.....	47
4.10.10 Peps de Grubbs.....	47
4.10.11 Patrones.....	47
4.10.12 Curvas de calibración.....	48
4.10.13 Blanco.....	48
4.10.14 Muestras.....	48
4.10.15 Muestra adicionada.....	48
5. Marco legal.....	49
6. Metodología.....	50
6.1 Agua potable.....	55
6.1.1 Metal Cadmio.....	55
6.1.2 Metal Plomo.....	57
6.1.3 Metal Níquel.....	59
6.2 Agua residual.....	62
6.2.1 Metal Cadmio.....	62
6.2.2 Metal Plomo.....	64
7. Resultados y discusión.....	66
7.1 Lectura de patrones y muestra.....	66
7.1.1 Metal Cadmio.....	66
7.1.1.1 Agua potable.....	66
7.1.1.2 Agua residual.....	68
7.1.2 Metal Níquel.....	70
7.1.2.1 Agua potable.....	70
7.1.3 Metal Plomo.....	74
7.1.3.1 Agua potable.....	74
7.1.3.2 Agua residual.....	76
7.2 Análisis estadístico y de resultados.....	79
7.2.1 Metal Cadmio.....	79
7.2.1.1 Agua potable.....	79
7.2.1.2 Agua residual.....	83
7.2.2 Metal Níquel.....	87
7.2.2.1 Agua potable.....	87
7.2.3 Metal Plomo.....	94
7.2.3.1 Agua potable.....	94

7.2.3.2 Agua residual.....	99
8. Conclusiones.....	104
9. Recomendaciones.....	106
10. Bibliografía.....	107
11. Anexos.....	109

INDICE DE TABLAS.

Tabla 1. Características físicas del agua para el consumo humano resolución 2115/2007.....	21
Tabla 2. Sectores Industriales de contaminación del agua.....	25
Tabla 3. Concentraciones máximas permisibles para verter a un cuerpo de agua o red de alcantarillado público.....	31
Tabla 4. Niveles aceptables para sustancias químicas en el agua potable.....	49
Tabla 5. Patrones de Plomo para análisis preliminar.....	54
Tabla 6. Patrones de Cadmio para el análisis preliminar.....	55
Tabla 7. Patrones Cadmio para realizar la validación.....	56
Tabla 8. Estándares para el metal Cadmio.....	57
Tabla 9. Muestras adicionadas para el metal Cadmio.....	57
Tabla 10. Patrones de Plomo para realizar la validación.....	58
Tabla 11. Estándares para el metal Plomo.....	58
Tabla 12. Muestras adicionadas para el metal Plomo.....	59
Tabla 13. Patrones de Níquel para realizar la validación.....	60
Tabla 14. Estándares para el metal Níquel.....	60
Tabla 15. Muestras adicionadas para el metal Níquel.....	61
Tabla 16. Muestras adicionadas para el segundo ensayo de Níquel.....	61
Tabla 17. Resultados de Cadmio en agua residual.....	62
Tabla 18. Patrones de Cadmio para realizar la verificación en agua residual.....	63
Tabla 19. Muestras adicionadas para Cadmio en agua residual.....	64
Tabla 20. Patrones de Plomo para realizar la verificación en agua residual.....	65
Tabla 21. Muestras adicionadas para Plomo en agua residual.....	65
Tabla 22. Lecturas del Blanco Cadmio en agua potable.....	66
Tabla 23. Lecturas del estándar # 1 Cadmio en agua potable.....	66
Tabla 24. Lecturas del estándar # 2 Cadmio en agua potable.....	66
Tabla 25. Lecturas del estándar # 3 Cadmio en agua potable.....	66
Tabla 26. Lecturas del estándar # 4 Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 27. Lectura del üBK de Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 28. Lectura üE.b de Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 29. Lectura del üE.a de Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 30. Lectura del üM1A.b de Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 31. Lectura del üM1 de Cadmio en agua potable.....	67
Tabla 32. Lectura del üM2 de Cadmio en agua potable.....	68
Tabla 33. Lectura Blanco Cadmio en agua residual.....	68
Tabla 34. Lectura estándar # 1 Cadmio en agua residual.....	68
Tabla 35. Lectura estándar # 2 Cadmio en agua residual.....	68
Tabla 36. Lectura estándar # 3 Cadmio en agua residual.....	68
Tabla 37. Lectura estándar # 4 Cadmio en agua residual.....	69
Tabla 38. Lectura estándar # 5 Cadmio en agua residual.....	69
Tabla 39. Lectura estándar # 6 Cadmio en agua residual.....	69

Tabla 40. Lectura estándar # 7 Cadmio en agua residual.....	69
Tabla 41. Lectura del üBK de Cadmio en agua residual.....	69
Tabla 42. Lectura del üM1A.b de Cadmio en agua residual.....	69
Tabla 43. Lectura del üM1A.a de Cadmio en agua residual.....	70
Tabla 44. Lectura del Blanco Níquel en agua potable.....	70
Tabla 45. Lectura estándar Níquel # 1 en agua potable.....	70
Tabla 46. Lectura estándar Níquel # 2 en agua potable.....	70
Tabla 47. Lectura estándar Níquel # 3 en agua potable.....	70
Tabla 48. Lectura estándar Níquel # 4 en agua potable.....	71
Tabla 49. Lectura estándar Níquel # 5 en agua potable.....	71
Tabla 50. Lectura üBK Níquel en agua potable.....	71
Tabla 51. Lectura del üE.m Níquel en agua potable.....	71
Tabla 52. Lectura del üE.a Níquel en agua potable.....	71
Tabla 53. Lectura del üM1A.b Níquel en agua potable.....	71
Tabla 54. Lectura del üM1A.a Níquel en agua potable.....	72
Tabla 55. Lectura del üM1 de Níquel en agua potable.....	72
Tabla 56. Lectura del üM2 de Níquel en agua potable.....	72
Tabla 57. Lectura Blanco de Níquel agua potable (II Parte).....	72
Tabla 58. Lectura estándar # 1 Níquel en agua potable (II Parte).....	72
Tabla 59. Lectura estándar # 2 Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 60. Lectura estándar # 3 Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 61. Lectura estándar # 4 Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 62. Lectura estándar # 5 Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 63. Lectura estándar # 6 Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 64. Lectura del üBK Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 65. Lectura del üM1A.b Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 66. Lectura del üM1A.m Níquel en agua potable (II Parte).....	73
Tabla 67. Lectura del üM1A.a Níquel en agua potable (II Parte).....	74
Tabla 68. Lectura del Blanco Plomo en agua potable.....	74
Tabla 69. Lectura estándar # 1 Plomo en agua potable.....	74
Tabla 70. Lectura estándar # 2 Plomo en agua potable.....	74
Tabla 71. Lectura estándar # 3 Plomo en agua potable.....	74
Tabla 72. Lectura estándar # 4 Plomo en agua potable.....	75
Tabla 73. Lectura estándar # 5 Plomo en agua potable.....	75
Tabla 74. Lectura del üBK Plomo en agua potable.....	75
Tabla 75. Lectura del üE.b Plomo en agua potable.....	75
Tabla 76. Lectura del üE.m Plomo en agua potable.....	75
Tabla 77. Lectura del üM1A.b Plomo en agua potable.....	75
Tabla 78. Lectura del üM1A.a Plomo en agua potable.....	76
Tabla 79. Lectura del üM1 de Plomo en agua potable.....	76
Tabla 80. Lectura del üM2 de Plomo en agua potable.....	76
Tabla 81. Lectura Blanco Plomo en agua residual.....	76
Tabla 82. Lectura estándar # 1 Plomo en agua residual.....	76
Tabla 83. Lectura estándar # 2 Plomo en agua residual.....	77
Tabla 84. Lectura estándar # 3 Plomo en agua residual.....	77

Tabla 85. Lectura estándar # 4 Plomo en agua residual.....	77
Tabla 86. Lectura estándar # 5 Plomo en agua residual.....	77
Tabla 87. Lectura üBK # 1 Plomo en agua residual.....	77
Tabla 88. Lectura üBK # 2 Plomo en agua residual.....	77
Tabla 89. Lectura üBK # 3 Plomo en agua residual.....	78
Tabla 90. Lectura üE.b # 1 Plomo en agua residual.....	78
Tabla 91. Lectura üE.b # 2 Plomo en agua residual.....	78
Tabla 92. Lectura üM1A.b # 1 Plomo en agua residual.....	78
Tabla 93. Lectura üM1A.b # 2 Plomo en agua residual.....	78
Tabla 94. Análisis Estadístico metal Cadmio en agua potable.....	79
Tabla 95. Porcentaje de Recuperación Cadmio en agua potable.....	80
Tabla 96. Error relativo para muestras de Cadmio en agua potable.....	80
Tabla 97. Límite de detección para el metal Cadmio en agua potable.....	80
Tabla 98. Análisis estadístico Cadmio en agua residual.....	84
Tabla 99. Porcentaje de recuperación Cadmio en agua residual.....	84
Tabla 100. Límite de detección Cadmio en agua residual.....	84
Tabla 101. Análisis estadístico metal Níquel en agua potable.....	87
Tabla 102. Porcentaje de Recuperación para las muestras adicionadas Níquel en agua potable.....	88
Tabla 103. Error relativo para las muestras de Níquel en agua potable.....	88
Tabla 104. Límite de detección para el metal Níquel en agua potable.....	88
Tabla 105. Análisis estadístico para el segundo ensayo de Níquel en agua potable.....	92
Tabla 106. Porcentaje de recuperación para el segundo ensayo de Níquel en agua potable.....	92
Tabla 107. Análisis estadístico de Plomo en agua potable.....	95
Tabla 108. Porcentaje de recuperación de Plomo en agua potable.....	95
Tabla 109. Error relativo para muestras de Plomo en agua potable.....	95
Tabla 110. Límite de detección para el metal plomo en agua potable.....	96
Tabla 111. Análisis estadístico de Plomo en agua residual.....	99
Tabla 112. Porcentaje de recuperación Plomo en agua residual.....	100
Tabla 113. Error relativo para muestras de Plomo en agua residual.....	100
Tabla 114. Límite de detección para Plomo en agua residual.....	101

INDICE GRAFICAS.

Grafica 1. Primera lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 2. Segunda lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 3. Tercera lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 4. Cuarta lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 5. Quinta lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 6. Sexta lectura de Cadmio en agua potable.....	81
Grafica 7. Séptima lectura de Cadmio en agua potable.....	82
Grafica 8. Primera lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 9. Segunda lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 10. Tercera lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 11. Cuarta lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 12. Quinta lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 13. Sexta lectura de Cadmio en agua residual.....	85
Grafica 14. Primera lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 15. Segunda lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 16. Tercera lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 17. Cuarta lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 18. Quinta lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 19. Sexta lectura de Níquel en agua potable.....	89
Grafica 20. Séptima lectura de Níquel en agua potable.....	90
Grafica 21. Primera lectura de Níquel en agua potable segundo ensayo.....	93
Grafica 22. Segunda lectura de Níquel en agua potable segundo ensayo.....	93
Grafica 23. Tercera lectura de Níquel en agua potable segundo ensayo.....	93
Grafica 24. Cuarta lectura de Níquel en agua potable segundo ensayo.....	93
Grafica 25. Primera lectura de Plomo en agua potable.....	96
Grafica 26. Segunda lectura de Plomo en agua potable.....	96
Grafica 27. Tercera lectura de Plomo en agua potable.....	96
Grafica 28. Cuarta lectura de Plomo en agua potable.....	96
Grafica 29. Quinta lectura de Plomo en agua potable.....	97
Grafica 30. Sexta lectura de Plomo en agua potable.....	97
Grafica 31. Séptima lectura de Plomo en agua potable.....	97
Grafica 32. Primera lectura de Plomo en agua residual.....	101
Grafica 33. Segunda lectura de Plomo en agua residual.....	101
Grafica 34. Tercera lectura de Plomo en agua residual.....	101
Grafica 35. Cuarta lectura de Plomo en agua residual.....	101
Grafica 36. Quinta lectura de Plomo en agua residual.....	102
Grafica 37. Sexta lectura de Plomo en agua residual.....	102

ÍNDICE DE IMÁGENES

Imagen 1. Representación de un diagrama de orbitales libres.....	33
Imagen 2. Sistema operativo de Absorción Atómica.....	35
Imagen 3. Lámpara de cátodo hueco.....	36
Imagen 4. Espectrofotómetro de Absorción Atómica.....	51

INDICE DE DIAGRAMAS DE FLUJO

Diagrama 1. Calentamiento con plancha de calentamiento.....	53
Diagrama 2. Calentamiento con estufa de hornilla.....	53
Diagrama 3. Calentamiento con estufa.....	54
Diagrama 4. Preparación de la solución madre para el metal Cadmio.....	56
Diagrama 5. Preparación de la solución madre para el metal Plomo.....	58
Diagrama 6. Preparación de la solución madre para el metal Níquel.....	59
Diagrama 7. Preparación de la solución madre para el metal Cadmio para la verificación.....	63
Diagrama 8. Preparación de la solución madre para el metal Cadmio para la verificación.....	64

RESUMEN

En el presente trabajo se documenta la validación de la metodología analítica de espectroscopia de absorción atómica para la detección de Cadmio, Níquel y Plomo para aguas tratadas y residuales, por medio de análisis estadísticos analizando parámetros como la linealidad, reproducibilidad, exactitud, precisión, límite de detección y límite de cuantificación, buscando valores aceptables para cada uno de estos parámetros, se concluye que la técnica si es correcta para la determinación de dichos metales en aguas, según los estándares del Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.

Como muestra de agua tratada se utiliza agua del acueducto Tribunias Corcega (sector el Manzano vía Pereira - Armenia) y como muestra de agua residual se utiliza agua proporcionada por la industria Plásticos Penuel, las cuales son contaminadas con los metales a analizar y se hace una posterior concentración de dichas muestras con digestión acida obteniendo buenos porcentajes de recuperación entre el 75 y 125 %.

La determinación de estos metales por medio de la Espectroscopia de Absorción Atómica da cumplimiento a la normatividad establecida por la resolución 2115 del 2007 y el decreto 1575 de 2007 del Ministerio de la Protección Social, para aguas de consumo humano.

1. DEFINICIÓN DEL PRÓBLEMA

El Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira es un laboratorio que ofrece servicios de análisis de aguas tratadas como residuales y que cuenta con la acreditación bajo la norma internacional NTC ISO/IEC 17025:2005 que fue otorgada por el Organismo Nacional de Acreditación de Colombia (ONAC) cuenta con los parámetros acreditados.

Es por esto que este laboratorio implementara la metodología de absorción atómica para la detección de los metales de Níquel, Cadmio y Plomo tanto en aguas tratadas como en residuales para que se ajusten a los requerimientos establecidos por el Ministerio de la Protección Social.

2. JUSTIFICACIÓN

La importancia de validar la metodología de absorción atómica es demostrar que las pruebas para la detección de los metales Cadmio, Níquel y Plomo sean confiables y así confirmar que el ensayo a consideración tiene las capacidades de desempeño consistentes con lo que la aplicación requiere, lo que lleva a determinar la calidad del agua mediante la detección de los metales antes mencionados. El proceso de validación de metales utiliza el equipo de espectroscopia de absorción atómica; es importante evaluar las condiciones del equipo para así garantizar confiabilidad en los resultados. Se hará una serie de análisis estadísticos para evaluar este método con la mejor metodología analítica para su extracción

El método de espectroscopia de absorción atómica de llama se ha convertido en una técnica muy importante de la química analítica ya que puede determinar gran variedad de elementos metálicos en estado fundamental del analito, este método posee alta sensibilidad apta para detectar concentraciones bajas hasta de partes por billón.

En el agua pueden estar presentes ciertos metales entre los que se destacan el Cadmio, Níquel y Plomo los cuales se pueden convertir en un problema de salud pública, según la resolución 2115 del 2007 y el decreto 1575 de 2007 del Ministerio de la Protección Social, cada uno de estos metales pueden estar presentes en aguas tratadas y residuales siempre y cuando tengan un valor máximo permitido, en el caso del Cadmio su valor máximo aceptable es de 0,003 mg/L, el Níquel debe tener un valor máximo de 0,02 mg/L y el Plomo debe tener un valor máximo de 0,01 mg/L enunciado en el artículo 5 de dicho decreto. [1]

Este trabajo de grado permitió determinar la concentración mínima detectable de los metales Cadmio, Níquel y Plomo tanto en aguas tratadas como en aguas residuales por medio de la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica de llama, utilizando el equipo de espectroscopia atómica Shimadzu AA – 7000.

Se validó el método de espectroscopia de absorción atómica para la detección de estos metales para que el laboratorio de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira pueda incluirlos dentro del alcance de la acreditación.

3. OBJETIVOS

3.1 Objetivos generales

- Validar por el método de Espectroscopia de Absorción Atómica de llama para la detección de los metales Cadmio, Níquel y Plomo en aguas tratadas

3.2 Objetivos específicos

- Definir los parámetros del ensayo mediante la ejecución de ensayos preliminares.
- Obtener los datos estadísticos realizando los ensayos de validación en el laboratorio.
- Determinar las variables del límite de detección, desviación estándar, cuantificación, reproducibilidad, recuperación para que el método sea adecuado a su propósito.
- Desarrollar un procedimiento de validación de los metales Níquel, Plomo y Cadmio en muestras obtenidas en el Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.
- Corroborar que el método para la detección de los metales Níquel, Plomo y Cadmio por medio de la técnica de espectroscopia de absorción atómica proporcione un alto grado de confianza por medio de los análisis estadísticos.

4. MARCO TEORICO

4.1 Agua potable

Según el decreto 1575 del 2007 y la Resolución 2115 del 2007 definen que:

- Agua cruda es aquella agua natural que no ha sido sometida a proceso de tratamiento para su potabilización.
- Agua potable o agua para consumo humano: Es aquella que por cumplir las características físicas, químicas y microbiológicas, en las condiciones señaladas en el presente decreto y demás normas que la reglamenten, es apta para consumo humano. Se utiliza en bebida directa, en la preparación de alimentos o en la higiene personal.

Se considera buena un agua para el consumo humano, cuando cumpliendo requisitos químicos, llega al consumidor en buenas condiciones físicas y libres de sustancias nocivas, inobjetable en su color y gusto, y lo que es más importante, sin contener organismos que puedan perjudicar la salud del que la consume. [2]

Para lograr que el agua cumpla con todas las características mencionadas anteriormente se debe realizar un seguimiento basado en pruebas tanto físicas como químicas que puedan concluir sobre la calidad del agua, basado en tres aspectos:

1. El de asegurar en la medida de lo posible que el agua no es un peligro para la salud pública.
2. El de asegurar que el agua que se suministra sea tan agradable y aceptable como sea posible.
3. Asegurar el cumplimiento de la legislación aplicable.

El seguimiento de la calidad del agua puede servir para muchos fines:

- Identificar si las aguas son adecuadas para los usos designados. Se han establecido criterios específicos de identificación para los contaminantes químicos que se permiten en las aguas. Cuando los contaminantes químicos exceden los límites máximos y mínimos de las concentraciones permitidas, las aguas no podrán usarse para los usos designados como es el de beber, pescar y navegar. Estos usos y los criterios específicos son los que forman las normas de calidad del agua.

- Identificar contaminantes específicos y orígenes de contaminación. El seguimiento de la calidad del agua ayuda a relacionar las fuentes de contaminación con los problemas de calidad del río ya que identifica los contaminantes específicos que causan problemas. Como ciertas actividades tienden a generar algunos contaminantes específicos, se pueden relacionar entre sí con una investigación o un seguimiento posterior. Encontrar niveles excesivos de uno o varios constituyentes químicos puede servir para poner sobre aviso de problemas potenciales de contaminación. [2]

4.2 Características Físicas, Químicas y Biológicas del agua potable

El agua contiene diversas sustancias químicas y biológicas disueltas o suspendidas en ella. Desde el momento que se condensa en forma de lluvia, el agua disuelve los componentes químicos de sus alrededores, corre sobre la superficie del suelo y se filtra a través del mismo.

El agua contiene organismos vivos que reaccionan con sus elementos físicos y químicos, por estas razones suele ser necesario tratarla para hacerla adecuada para su uso como provisión a la población. De acuerdo al uso que se le dará al agua, son los requisitos de calidad de la misma.

Por lo común la calidad se juzga como el grado en el cual se ajusta a los estándares físicos, químicos y biológicos fijados por normas nacionales e internacionales. Es importante conocer los requisitos de calidad a fin de determinar si se requiere tratamiento y qué procesos se deben aplicar para alcanzar la calidad deseada. Los estándares de calidad también se usan para vigilar los procesos de tratamiento y corregirlos de ser necesario.

El agua se evalúa en cuanto a su calidad ensayando sus propiedades físicas, químicas y microbiológicas. Es necesario que los ensayos que evalúan dichos parámetros de calidad, deban tener aceptación universal a fin de que sean posibles las comparaciones con los estándares de calidad. [3]

4.2.1 Características físicas

En la provisión de agua se debe tener especial cuidado con los sabores, olores, colores y la turbidez del agua que se brinda, en parte porque dan mal sabor, pero también a causa de su uso en la elaboración de bebidas, preparación de alimentos y fabricación de textiles.

Los sabores y olores se deben a la presencia de sustancias químicas volátiles y a la materia orgánica en descomposición. Las mediciones de los mismos se

hacen con base en la dilución necesaria para reducirlos a un nivel apenas detectable por observación humana.

El color del agua se debe a la presencia de minerales como hierro, manganeso y materia orgánica. Las pruebas se llevan a cabo por comparación con un conjunto estándar de concentraciones de una sustancia química que produce un color similar al que presenta el agua. [3]

La turbidez además de que es objetable desde el punto de vista estético, puede contener agentes patógenos adheridos a las partículas en suspensión. El agua con suficientes partículas de arcilla en suspensión (10 unidades de turbidez), se aprecia a simple vista. Las fuentes de agua superficial varían desde 10 hasta 1.000 unidades de turbidez, y los ríos muy opacos pueden llegar a 10.000 unidades. Las mediciones de turbidez se basan en las propiedades ópticas de la suspensión que causan que la luz se disperse o se absorba. Los resultados se comparan luego con los que se obtienen de una suspensión estándar. [3]

Requisitos Resolución 2115/2007	Valor
Color, expresado en unidades de la escala Pt-Co, máx.	15
Olor y sabor	inobjetable
Turbiedad, expresado en unidades nefelométricas de turbiedad UNT, máx.	< 2
Sólidos totales expresados en mg/dm ³ máx.	200

Tabla No 1. Características Físicas del agua para consumo humano. Resolución 2115/2007 [4]

4.2.2 Características Químicas

Los múltiples compuestos químicos disueltos en el agua pueden ser de origen natural o industrial y serán benéficos o dañinos de acuerdo a su composición y concentración. Por ejemplo el hierro y el manganeso en pequeñas cantidades no solo causan color, también se oxidan para formar depósitos de hidróxido férrico y óxido de manganeso dentro de las tuberías de agua.

Las aguas duras son aquellas que requieren cantidades considerables de jabón para producir espuma y también forma incrustaciones en tuberías de agua caliente y calderas. La dureza del agua se expresa en miligramos equivalentes de carbonato de calcio por litro.

El agua químicamente pura es la combinación de oxígeno e hidrógeno y puede obtenerse en laboratorios por el fenómeno de electrólisis y en la naturaleza durante las tormentas eléctricas.

Ahora se enuncian los elementos químicos que se encuentran en el agua natural y que producen alcalinidad, dureza y salinidad y se divide en cuatro grupos: [3]

❖ **Grupo 1: Producen solo alcalinidad**

- Carbonato de potasio – K_2CO_3
- Bicarbonato de Potasio - $KHCO_3$
- Bicarbonato de Sodio - $NaHCO_3$
- Carbonato de Sodio - Na_2CO_3

❖ **Grupo 2: Producen dureza carbonatada y alcalinidad**

- Carbonato de Calcio - $CaCO_3$
- Carbonato de Magnesio - $MgCO_3$
- Bicarbonato de Calcio – $Ca(HCO_3)_2$
- Bicarbonato de Magnesio – $Mg(HCO_3)_2$

❖ **Grupo 3: Producen salinidad y dureza no carbonatada**

- Sulfato de Calcio – $CaSO_4$
- Cloruro de Calcio – $CaCl_2$
- Nitrato de Calcio – $Ca(NO_3)_2$
- Sulfato de Magnesio – $MgSO_4$
- Cloruro de Magnesio – $MgCl_2$
- Nitrato de Magnesio – $Mg(NO_3)_2$

❖ **Grupo 4: Producen salinidad, pero no dureza**

- Sulfato de Potasio – K_2SO_4
- Cloruro de Potasio – KCl
- Nitrato de Potasio – KNO_3
- Sulfato de Sodio – Na_2SO_4
- Cloruro de Sodio – $NaCl$
- Nitrato de Sodio – $NaNO_3$

Las sustancias que producen acidez al agua, pueden provenir de volcamientos, pero también son frecuentes en el tratamiento de aguas y son:

- Ácido Sulfúrico – H_2SO_4
- Sulfato Ferroso – $FeSO_4$
- Sulfato de Aluminio – $Al_2(SO_4)_2$

Las aguas pueden contener además otras sustancias que generan molestias o trastornos al organismo, dichas sustancias son:

- **Arsénico:** suele encontrarse en pequeñas cantidades salvo alguna excepción y se aumenta cuando existen vertidos de residuos industriales o por arrastre con aguas de lluvia del arseniato de plomo que se usa en desafección de árboles frutales.
- **Calcio:** Junto con el magnesio son los principales causantes de la dureza. Representa más un problema económico por las incrustaciones en cañerías, que un problema de salud.
- **Cloruro:** En el agua potable, su presencia se debe al agregado de cloro en las plantas potabilizadoras como desinfectante. En altas concentraciones y en combinación con otras sales producen sabores desagradables.
- **Hierro:** No produce trastornos en la salud en las proporciones en que se lo encuentra en las aguas naturales. Mayores concentraciones originan coloración rojiza en el agua y mancha la ropa blanca. También puede provenir de residuos industriales en forma de sales ferrosas y férricas.
- **Magnesio:** Es uno de los minerales que junto con el calcio produce la dureza del agua. En cantidades importantes puede producir efectos laxantes.
- **Nitratos:** Se ha comprobado que altas concentraciones de nitratos en el agua produce cianosis o metahemoglobinemia, que afecta especialmente a los niños menores de 6 años. Las concentraciones altas de nitratos generalmente se encuentran en el agua en zonas rurales por la descomposición de la materia orgánica y los fertilizantes utilizados. [3]

4.2.3 Características biológicas

Las aguas poseen en su constitución una gran variedad de elementos biológicos desde los microorganismos hasta los peces.

El origen de los microorganismos puede ser natural, es decir constituyen su hábitat natural, pero también provenir de contaminación por vertidos cloacales y/o industriales, como también por arrastre de los existentes en el suelo por acción de la lluvia.

La calidad y cantidad de microorganismos va acompañando las características físicas y químicas del agua, ya que cuando el agua tiene temperaturas templadas y materia orgánica disponible, la población crece y se diversifica, de la misma manera los crustáceos se incrementan y por lo tanto los peces de igual manera.

La biodiversidad de un agua natural indica la poca probabilidad de que la misma se encuentre contaminada.

Sin embargo para que el agua sea destinada a la provisión de agua potable, debe ser tratada para eliminar los elementos biológicos que contiene.

Del reino vegetal, los microorganismos más importantes desde el punto de vista de la Ingeniería Sanitaria son en las algas y bacterias aunque la presencia de hongos, mohos y levaduras es un índice de la existencia de materia orgánica en descomposición. [3]

- **Algas:** contienen fundamentalmente clorofila necesaria para las actividades fotosintéticas y por lo tanto necesitan la luz solar para vivir y reproducirse. La mayor concentración se da en los lagos, lagunas, embalses, remansos de agua y con menor abundancia en las corrientes de agua superficiales.
- **Bacterias:** las llamadas bacterias son de los géneros *Sphaerotilus* y *Crenothrix*, relacionadas con el hierro y el manganeso del agua y del género *Beggiatoa* del grupo de las bacterias sulfurosas. Las bacterias que se pueden encontrar en el agua son de géneros muy numerosos, entre las cuales se encuentran las que son patógenas para el hombre, las bacterias coliformes y los estreptococos que se utilizan como índice de contaminación fecal. Recordemos que según necesiten o no oxígeno libre para vivir se las llama aerobias o anaerobias, existe un tercer tipo que se desarrolla mejor en presencia de oxígeno pero pueden vivir en medios desprovistos del mismo y se las denomina anaerobias facultativas.
- **Hongos, mohos y levaduras:** Pertenecen al grupo de bacterias pero no contienen clorofila y en general son incoloras. Todos estos organismos son heterótrofos y en consecuencia dependen de la materia orgánica para su nutrición.

4.3 Contaminación del agua

La contaminación de las aguas puede proceder de fuentes naturales o de actividades humanas. En la actualidad la más importante, sin duda, es la provocada por el hombre. El desarrollo y la industrialización suponen un mayor uso de agua, una gran generación de residuos muchos de los cuales van a parar al agua y el uso de medios de transporte fluviales y marítimos que, en muchas ocasiones, son causa de contaminación de las aguas. [5]

4.3.1. Contaminación natural

Algunas fuentes de contaminación del agua son naturales. Por ejemplo, el mercurio que se encuentra naturalmente en la corteza de la tierra y en los océanos contamina la atmosfera mucho ms que el procedente de la actividad humana. Algo similar pasa con los hidrocarburos y con muchos otros productos.

Normalmente las fuentes de contaminación natural son muy dispersas y no provocan concentraciones altas de polución, excepto en algunos lugares muy concretos como lo son las industrias. [5]

4.3.2. Contaminación de origen humano

Hay cuatro focos principales de contaminación antropogénica.

4.3.2.1 Industria

Según el tipo de industria se producen distintos tipos de residuo.

Sector industrial	Sustancias contaminantes principales
Construcción	Sólidos en suspensión, metales, Ph
Minería	Solido en suspensión, metales pesados, materia orgánica, pH, cianuros.
Energía	Color, hidrocarburos y productos químicos
Textil y piel	Cromo, tensoactivos, colorantes, grasas, disolventes orgánicos, ácido acético, sólidos en suspensión
Automoción	Aceites lubricantes, pinturas y aguas residuales
Navales	Petróleo, productos químicos, disolventes y pigmentos
Siderurgia	Aceites, metales disueltos, emulsiones y ácidos
Química inorgánica	Hg, P, fluoruros, cianuros, amoniaco, nitritos, F, Mn, Ni, Pb, Cd, Se, Zn, etc.
Química orgánica	Organohalogenados y compuestos cancerígenos.
Fertilizantes	Nitratos y fosfatos
Pasta y papel	Sólidos en suspensión
Plaguicidas	Organohalogenados, organofosforados, compuestos cancerígenos, biocidas, etc.
Fibras químicas	Aceites minerales
Pinturas, barnices y tintas	Compuestos organoestámicos, compuestos de Zn, Cr, Se, Mo, Ti, Sn, Ba, Co, etc.

Tabla No 2. Sectores industriales de contaminación del agua. [5]

4.3.2.2 Vertidos Humanos

La actividad domestica produce principalmente residuos orgánicos, pero el alcantarillado arrastra además todo tipo de sustancias: emisiones de los automóviles (hidrocarburos, plomo, otros metales, etc.), sales, ácidos, etc. [5]

4.3.2.3 Navegación

La contaminación por petróleo se produce por su liberación accidental o intencionada en el ambiente, provocando efectos adversos sobre el hombre o sobre el medio, directa o indirectamente.

La contaminación involucra todas las operaciones relacionadas con la explotación y transporte de hidrocarburos, que conducen inevitablemente al deterioro gradual del ambiente. [5]

4.3.2.4 Agricultura y ganadería

Los trabajos agrícolas producen vertidos de pesticidas, fertilizantes y restos orgánicos de animales y plantas que contaminan de una forma difusa pero muy notable las aguas

La mayoría de los vertidos directos que hay, son responsabilidad de la ganadería. Se les llama directos a los vertidos que no se hacen a través de redes urbanas de saneamiento, y por lo tanto son más difíciles de controlar y depurar [5]

4.3.3 Sustancias químicas contaminantes del agua

Procedencia de la contaminación con metales tóxicos

Algunos elementos químicos, como el cadmio, plomo, y níquel, se encuentran repartidos en pequeñas cantidades por todas partes. Todos estos elementos son potencialmente tóxicos y pueden dañar a los seres vivos en concentraciones tan pequeñas como de 1 ppm. Además de ser elementos que se encuentran en la composición normal de rocas y minerales, pueden ser especialmente abundantes como resultado de erupciones volcánicas, o por fuentes de aguas termales. Algunos compuestos de estos metales pueden sufrir acumulación en la cadena trófica, lo que origina que a pesar de encontrarse en dosis muy bajas en el ambiente, pueden llegar a concentrarse en plantas o animales, hasta llegar a provocar daños en la salud. [6]

4.3.3.1 CADMIO

Se encuentra ubicado en la posición cuarenta y ocho en la tabla periódica, su masa atómica es de 112,40 g/mol. Es un elemento escaso en la corteza terrestre, las minas de cadmio son difíciles de encontrar, y suelen estar en pequeñas cantidades. Suele sustituir al zinc en sus minerales debido a su parecido químico.

El cadmio es un elemento natural de la corteza terrestre. Generalmente se encuentra como mineral combinado con otros elementos tales como oxígeno (óxido de cadmio), cloro (cloruro de cadmio) o azufre (sulfato de cadmio, sulfuro de cadmio).

Todos los suelos y rocas, incluso el carbón y abonos minerales, contienen una cantidad de este metal. Este elemento no se corroe fácilmente y tiene muchos usos tales como baterías, pigmentos, revestimiento de metales y plásticos.

Puede entrar al medio ambiente así:

- Entra al suelo, al agua y al aire durante actividades industriales y de minería, y durante la combustión de carbón y desechos domésticos.
- No se degrada en el ambiente, pero sí cambia de forma.
- Las partículas en el aire pueden movilizarse largas distancias antes de depositarse en la tierra o el agua.
- Algunas formas de cadmio se disuelven en agua.
- Se adhiere fuertemente a partículas del suelo.
- Las plantas, los peces y otros animales incorporan cadmio del ambiente.

La exposición puede ocurrir:

- Consumiendo alimentos que contienen cadmio; todos los alimentos contienen niveles bajos (los niveles más altos se encuentran en mariscos, hígado y riñón).
- El hábito de fumar o ser fumador pasivo.
- Respirando aire contaminado en el trabajo.
- Bebiendo agua contaminada.

- Viviendo cerca de plantas industriales que liberan cadmio al aire.

Respirar niveles altos de cadmio puede dañar gravemente los pulmones. Ingerir alimentos o tomar agua con niveles muy altos produce irritación grave del estómago causando vómitos y diarrea.

La exposición prolongada a niveles más bajos en el aire, los alimentos o el agua produce acumulación de este metal en los riñones y posiblemente enfermedad renal. Otros efectos de la exposición prolongada consisten en daño del pulmón y fragilidad de los huesos.

4.3.3.2 NIQUEL

El níquel tiene número atómico veintiocho, su peso atómico es de 58,71g/mol, es un metal duro, blanco-plateado, que tiene propiedades que lo hacen muy deseable para combinarse con otros metales y formar mezclas llamadas aleaciones. La mayor parte de este se usa para fabricar acero inoxidable. Este metal también se combina con muchos otros elementos tales como el cloro, azufre y oxígeno para formar compuestos de níquel.

El níquel ocurre en forma natural en la corteza terrestre combinado con otros elementos. Se encuentra en todos los suelos y es liberado por volcanes. Este metal ocupa el lugar número veinticuatro (24) en la lista de elementos más abundantes. En el ambiente se encuentra principalmente combinado con oxígeno o azufre en forma de óxidos o sulfuros. Este también se encuentra en meteoritos y en el fondo del océano formando masas de minerales llamadas nódulos del fondo del mar. El centro de la tierra está compuesto de 6% de níquel. Este metal es liberado a la atmósfera cuando hay actividad minera y por industrias que lo fabrican o lo usan, en forma de aleaciones o compuestos del mismo, estas industrias también pueden desecharlo en aguas residuales. También puede ser liberado a la atmósfera por las chimeneas de grandes hornos de plantas de energía que queman petróleo o carbón y por incineradores de basura.

Este metal que se origina de las chimeneas de plantas de energía se adhiere a pequeñas partículas de polvo que se depositan en el suelo o son removidas del aire en la lluvia o la nieve, generalmente tarda días en ser removido del aire. Si este se adhiere a partículas muy pequeñas, puede tardar más de un mes en depositarse en el suelo. También puede ser liberado en aguas residuales de industrias. Una gran cantidad de este liberado al ambiente termina en el suelo o en sedimento en donde se adhiere fuertemente a partículas que contienen hierro o manganeso. Las condiciones ácidas favorecen la movilización del níquel en el suelo y facilitan su filtración hacia el agua subterránea. El níquel no parece concentrarse en peces. Hay estudios que demuestran que algunas plantas pueden incorporarlo y acumularlo. Sin embargo, se ha demostrado que este no se acumula en pequeños organismos que habitan terrenos tratados con lodo que contiene níquel.

La concentración de este metal en el agua de ríos y lagos es muy baja, con el promedio siendo generalmente menor de 10 partes por millón (ppm). A menudo el nivel en el agua es tan bajo que no se puede medir a menos que se usen instrumentos muy sensibles. La concentración promedio de níquel en el agua potable es entre 0,02 y 0,04 ppm. Sin embargo, se puede estar expuesto a niveles de este metal en el agua potable más altos que el promedio, cerca de industrias que procesan o usan dicho elemento. Los niveles más altos que se han detectado en el agua potable es de aproximadamente 7,2 ppm encontrados cerca de áreas con grandes depósitos naturales (minería, refinería) de Níquel.

Este metal puede entrar a al cuerpo cuando se respira aire que lo contiene, cuando se toma agua o consume alimentos que contienen dicho metal y cuando la piel entra en contacto con este, Los efectos más graves a la salud por exposición al níquel, son por ejemplo bronquitis crónica, disminución de la función pulmonar y cáncer de los pulmones y los senos nasales, han ocurrido en personas que han respirado polvo que contenía compuestos de níquel en el trabajo en refinerías o en plantas de procesamiento del mismo.

4.3.3.3 PLOMO

El plomo tiene número atómico ochenta y dos y un peso atómico 207,19 g/mol es un metal gris-azulado que ocurre naturalmente en pequeñas cantidades en la corteza terrestre. Se encuentra ampliamente distribuido en el ambiente. La mayor parte proviene de actividades como la minería, manufactura industrial y de quemar combustibles fósiles.

Cuando este elemento entra al medio ambiente ocurren varios factores.

- No se degrada, pero los compuestos de este metal son transformados por la luz natural, el aire y el agua.
- Cuando se libera al aire, puede moverse largas distancias antes de depositarse en el suelo.
- Generalmente se adhiere al suelo una vez que entran en contacto.
- La movilización desde el suelo al agua subterránea dependerá del tipo de compuesto de plomo y de las características del suelo.

La exposición ocurre:

- Consumiendo alimentos o tomando agua que contiene este elemento. En algunas viviendas antiguas, las cañerías de agua pueden tener soldaduras de plomo. El plomo puede pasar al agua.
- Pasando tiempo en áreas donde se han usado pinturas con plomo y que están deteriorándose. Esta pintura en mal estado puede contribuir al polvo.
- Trabajando en una ocupación en la que se usa plomo, por ejemplo, en la manufactura de vidrios de colores.

Los efectos del plomo son los mismos si se ingiere o inhala. Puede afectar a casi todos los órganos y sistemas en el cuerpo, el más sensible es el sistema nervioso, tanto en niños como en adultos. La exposición prolongada de adultos puede causar un deterioro en el resultado de algunas pruebas que miden funciones del sistema nervioso. También puede producir debilidad en los dedos, las muñecas o los tobillos. La exposición al plomo también produce un pequeño aumento de la presión sanguínea, especialmente en personas de mediana edad y de edad avanzada, y puede causar anemia. La exposición a niveles altos puede dañar seriamente el cerebro y los riñones hasta causar la muerte. En mujeres embarazadas, la exposición a niveles altos de plomo puede producir pérdida del embarazo. En hombres, la exposición a altos niveles puede alterar la producción de espermatozoides.

4.4 Agua residual

Las aguas residuales son las aguas usadas y los sólidos que por uno u otro medio se introducen en las cloacas y son transportados mediante el sistema de alcantarillado. [7]

En general, se considera aguas residuales domésticas (ARD) los líquidos provenientes de las viviendas o residencias, edificios comerciales e institucionales. Se denominan aguas residuales municipales los residuos líquidos transportados por el alcantarillado de una ciudad o población y tratados en una planta de tratamiento municipal, y se llaman aguas residuales industriales las aguas residuales provenientes de las descargas de industria de manufactura. [7]

4.4.1 Características de las aguas residuales

Existen características típicas de aguas residuales, las cuales son muy importantes como referencia de los parámetros de importancia por analizar y de su magnitud, hay que recordar que cada agua residual es única en sus características y que, en lo posible, los parámetros de polución deben evaluarse en el laboratorio para cada agua residual específica.

El departamento Administrativo del Medio Ambiente de Bogotá establece, en su resolución 1074 de 1997, las concentraciones máximas permisibles para vertimientos a un cuerpo de agua o red de alcantarillado público. [7]

Elemento	Concentración (ppm)
Arsénico	0,1
Bario	5,0
Cadmio	0,003
Cianuro total	1,0
Cobre	0,25
Cromo hexavalente	0,5
Cromo total	1,0
Manganeso	0,112
Mercurio	0,02
Níquel	0,2
Plata	0,5
Plomo	0,1
Zinc	5,0

Tabla No. 3 concentraciones máximas permisibles para verter a un cuerpo de agua o red de alcantarillado público. Resolución 1074 de 1997 [7]

Algunos residuos industriales pueden contener concentraciones apreciables de metales pesados y requerir pre tratamiento para permitir su descarga al alcantarillado municipal y posterior tratamiento conjunto con las aguas residuales municipales en general se considera toxica para el tratamiento biológico una concentración de metales pesados mayor de 2 mg/L.

4.5 Determinación de metales en aguas

Para la determinación de ciertos metales pesados presentes tanto en aguas tratadas como residuales se utilizan varias técnicas como: espectroscopia de absorción atómica, espectrometría de masa con plasma inductivamente acoplada, espectrometría de absorción molecular, espectrometría de emisión atómica, cromatografía iónica y espectrometría de fluorescencia de rayos x.

4.6 Espectroscopia de Absorción Atómica

La Espectroscopia de Absorción Atómica involucra la absorción de átomos libres de un elemento a una longitud de onda específica para cada elemento, esta técnica es muy sensible y permite la identificación de elementos individuales presentes en una muestra con concentraciones de partes por millón (ppm) y las partes por billón (ppb).

Cuando la muestra es quemada en la llama, los átomos de la muestra forman una nube dentro de la llama, cada átomo libre que queda es un núcleo cargado positivamente rodeado por un número de electrones en movimiento. Los electrones de cada átomo poseen su nivel de energía, pero cada nivel de energía es diferente para los electrones. Cuando los electrones son similares ocupan el mismo nivel de energía, y suelen citarse como E_0 si es estado basal y E_1 , E_2 , etc., si están en un estado de excitación.

Para un átomo no excitado, cada electrón se encuentra en estado basal; para excitar el átomo es necesario proporcionar cierta cantidad de energía a los electrones para que estos puedan avanzar a un nivel más alto, dicha energía puede ser suministrada por fotones o por colisiones debido al calentamiento. La energía E corresponde a la brecha de energía entre el estado basal y el primer nivel de energía.

$$E = E_1 - E_0$$

La energía requerida para esta transición puede ser suministrada por un fotón de luz con una energía dada por:

$$E = h \nu$$

Donde h = constante de Planck
 ν = es la frecuencia

Esto corresponde a una longitud de onda (λ) de:

$$\lambda = \frac{hc}{E}$$

Donde c es la velocidad de la luz.

Los metales y semimetales, contienen electrones de valencia limitados que se encuentran libremente en el núcleo y que se pueden excitar con fotones con longitudes de onda en un rango óptico entre 190-900 nm. Para cada átomo del metal o semimetal la brecha de energía es $E_1 - E_0$, para un electrón de valencia es casi idéntico. Además, la brecha de energía no se encuentra en ningún otro

elemento, si la longitud de onda está lo suficientemente estrecha, centrada y encendida.

$$\frac{hc}{E_1 - E_0}$$

Se envía a través de una nube de varios átomos, y sólo los átomos de un elemento particular absorberán los fotones. [8]

4.6.1 Absorción

La energía radiante de los fotones, es absorbida por átomos que están por lo general en forma de líneas muy estrechas conocidas como longitud de onda originando un espectro. Durante el proceso de absorción los electrones del átomo se promueven a un nivel más alto de energía y es aquí donde el átomo se encuentra electrónicamente excitado.

Un fotón se comporta de manera similar a un campo eléctrico y obra mutuamente con los electrones de un átomo. Bajo ciertas condiciones los fotones son absorbidos por los átomos. Los niveles de energía de un átomo se cuantifican, es decir tienen ciertas energías bien definidas, y como consecuencia de esto la energía del fotón debe ser exactamente igual a la brecha de energía entre el nivel de energía E_0 (energía basal), y el nivel de energía E_1 (primer estado de excitación).

Este proceso involucra un electrón que es promovido de un orbital atómico lleno a un orbital más energético que por lo general este vacío. El proceso de absorción se puede describir por un diagrama orbital de Bohr como se muestra a continuación. [8]

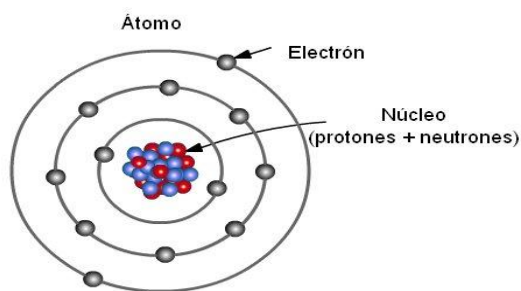


Imagen 1. Representación de un diagrama de orbitales atómicos [8]

4.6.2 Formación de átomos libres

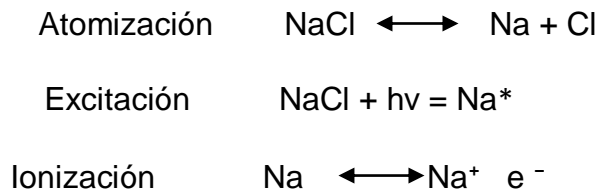
Para generar los átomos libres el atomizador debe suministrar energía para romper los enlaces químicos entre los átomos de una molécula, el atomizador

de llama debe proporcionar la energía suficiente para romper estos enlaces y así liberar los átomos.

La energía requerida para romper estos enlaces es influenciada por los números de átomos libres producidos por la muestra. Cuando los enlaces son quebrantados generan los átomos libres (depende del tipo de enlaces que necesiten estar rotos cuando están atomizados). [8]

4.6.3 Producción de átomos libres en la llama

La capacidad para producir los átomos desionizados en un vapor atómico determina el éxito de una absorción atómica con una temperatura de llama que oscila entre 2100 -2400 °C las gotas finas de una solución contienen las moléculas en la solución aspirada previamente. El solvente evaporado deja atrás pequeñas partículas sólidas. Estas partículas se evaporan, y el vapor consiste en una mezcla de distintos componentes que se descomponen en átomos libres, los cuales generan que los espectros se puedan observar. Los átomos individuales del metal que se ha atomizado, absorben la energía por la colisión y se excitan o se ionizan según las condiciones, un ejemplo de esto es una muestra de NaCl.



La llama atomiza la muestra como se muestra en la reacción uno, el átomo se excita por la energía de la fuente de luz como se muestra en la segunda reacción y el calor excesivo es aplicado y es capaz de remover los átomos como se ve en la reacción tres. [8]

4.6.4 Ley de Beer – Lambert

La absorción que ocurre en un sistema de la absorción atómica sigue la ley de Beer, que es

$$I_1 = I_0 e^{-a, b, c}$$

$$A = a b c$$

O donde:

$$T = \frac{I_1}{I_0} \quad (T = \text{transmisión})$$

Por lo tanto

$$A = \text{absorbancia} = -\ln T$$

Dónde:

I_1 = intensidad de la luz de la solución después de la absorción

I_0 = intensidad de luz que baja en una solución antes de la absorción

a = coeficiente de absorción

b = longitud de trayectoria a través de la muestra

c = concentración de la solución

4.6.5 Sistema de Absorción atómica

Sistema básico del equipo de absorción atómica

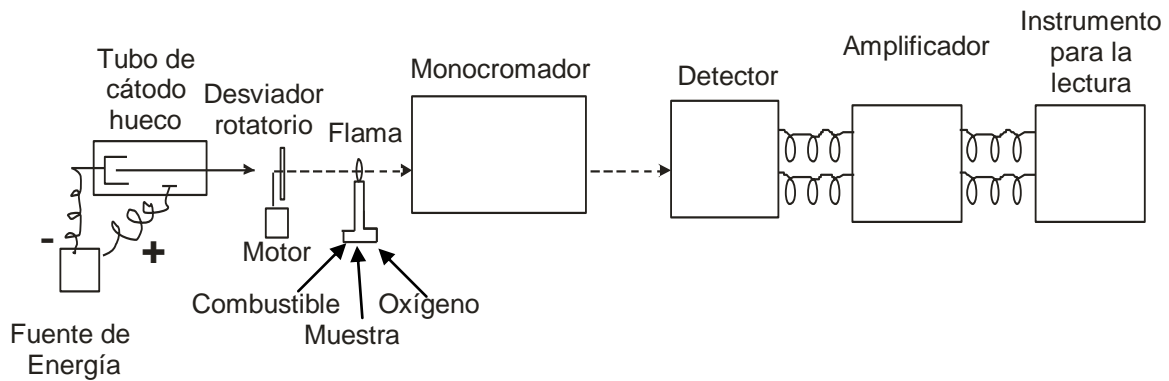


Imagen 2. Sistema básico de Absorción Atómica [8]

Para hacer las medidas en el equipo de Absorción Atómica es necesario obtener una población de átomos en estado basal, primero se enciende una fuente de radiación que es una línea con una longitud de onda característica para cada elemento, esta línea pasa a través que quemador, y a través de la llama se rocía una niebla fina de la muestra a analizar. La región del espectro que se mide es seleccionada por el monocromador. La línea espectral aislada

cae en el fotomultiplicador y por último se envía a un dispositivo de lectura ya sea digital o análogo, a través de un sistema de proceso de datos de un computador. [8]

4.6.5.1 Fuente de radiación

Las lámparas de cátodo hueco son el único tipo de fuente de luz que se usa en la espectroscopia de absorción atómica, cuya característica principal es que la línea de absorción es muy estrecha (0,002 a 0,005 nm) y las energías de transición electrónicas son únicas para cada elemento

Estas lámparas constan de un ánodo de tungsteno y un cátodo (compuesto del metal que se va a analizar) de forma cilíndrica sellada en un tubo de vidrio lleno con gas inerte ya sea neón o argón a una presión de 1 a 5 torr.

La ionización del gas inerte ocurre cuando se aplica un alto voltaje permitiendo a los cationes gaseosos adquirir suficiente energía cinética para disolver algunos de los átomos metálicos de la superficie del cátodo y producir una nube atómica, una parte de los átomos metálicos de la superficie desprendidos están en estados excitados y, por tanto emiten su radiación característica cuando vuelven a su estado basal. Para finalizar, los átomos metálicos se difunden de nuevo a la superficie del cátodo o a las paredes de vidrio del tubo y son depositados.

La eficiencia de las lámparas de cátodo hueco depende de su forma y del voltaje de operación. Los voltajes altos y, por tanto, las corrientes altas, dan lugar a mayores intensidades. [9]

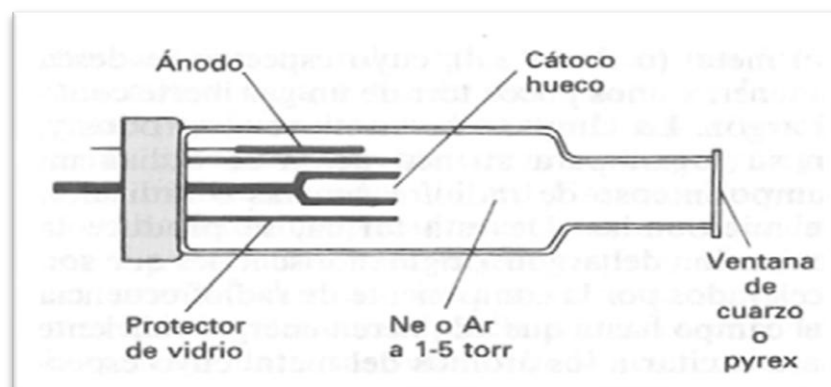


Imagen 3. Lámpara de cátodo hueco

4.6.5.2 Atomizador

El atomizador de llama está compuesto por un nebulizador y un quemador, es aquí donde la muestra es convertida en un aerosol y luego es llevada a la llama de combustión que le proporciona a la fuente más estabilidad para la producción de los átomos libres, ya que puede alcanzar temperaturas entre los 1700 a 2800 °C, y es a estas temperaturas donde se producen mezclas de combustible y del oxidante que ayudan a la atomización de la muestra.

El Propano, Hidrogeno y el Acetileno se pueden utilizar como gases de combustión y el aire u óxido nitroso son utilizados como oxidantes, el oxígeno rara vez se utiliza como oxidante pues su temperatura es demasiada alta y es difícil de controlar.

La sensibilidad de algunos elementos en una llama de aire/acetileno es muy buena pero suelen haber interferencias debido a la formación de sustancias inestables en la llama de la muestra, disminuyendo la sensibilidad del mismo

Las llamas del aire/acetileno se utilizan para los elementos que no forman los óxidos altamente refractarios tales como calcio, cromo, cobalto, hierro, magnesio, molibdeno, níquel, estroncio y los metales nobles. Una mejor sensibilidad se puede obtener en la llama rica de un combustible más fresco para los metales refractarios del óxido que en una llama estequiométrica. Esos elementos que demuestran una sensibilidad más baja en llamas de aire/acetileno tienen una energía de disociación para el enlace de óxido metálico mayores de 5 eV. [9]

4.6.5.3 Monocromador

La función del monocromador es aislar la luz emitida de la fuente de radiación primaria de las líneas más intensas de resonancia que se encuentran cerca de ella, estas líneas pueden venir del metal del cátodo o del gas inerte que se encuentra en la lámpara de cátodo hueco.

Un monocromador debe ser capaz de separar dos líneas de 0,1 nm cuando se opera con el mínimo de anchura, cuanto mejor es el monocromador, más angosta será anchura obteniendo una buena resolución.

Otra función del monocromador es aislar la línea de resonancia de la emisión molecular y otras series continuas del fondo que origina la llama, evita que toda la radiación que surge de la llama sature el detector.

4.6.5.4 Fotomultiplicador

Se llama fotomultiplicador a un tipo de detector óptico de vacío que aprovecha el efecto de emisión secundaria de electrones para responder a niveles muy bajos de iluminación, manteniendo un nivel de ruido aceptable.

Un fotomultiplicador está compuesto de un fotocátodo, que emite electrones cuando sobre él inciden fotones de energía adecuada. Un campo eléctrico acelera estos electrones y los dirige hacia un ánodo, que en estos tubos recibe el nombre de dínodo. La energía de los electrones incidentes provoca la emisión un número mayor de electrones secundarios que son dirigidos hacia un segundo dínodo. El número de dínodos y su disposición varía con el modelo de fotomultiplicador.

Un tubo fotomultiplicador consiste de un cátodo foto emisivo (fotocátodo), consistente de metales alcalinos con funciones de trabajo bajas, seguido de electrodos enfocados, un multiplicador de electrones (dínodos) y un colector de electrones (ánodo) en un tubo al vacío.

Cuando la luz entra al fotocátodo, este convierte la energía de la luz incidente en fotoelectrones emitidos al vacío, los cuales son enfocados hacia los dínodos, donde son multiplicados en un proceso de emisión secundaria. Al final, la señal de salida se obtiene en el ánodo. La eficiencia en la conversión o sensibilidad del cátodo, varía con la longitud de onda de la luz incidente. La relación entre la sensibilidad del cátodo y la longitud de onda se llama respuesta espectral característica. Debido a la mencionada emisión secundaria de cada dínodo, el tubo fotomultiplicador tiene una alta sensibilidad y un bajo ruido.

4.7 Interferencias

En los métodos de absorción atómica se presentan dos tipos de interferencias. Las interferencias químicas que se producen como consecuencia de diversos procesos químicos que ocurren durante la atomización y que alteran las características de absorción del analito y las interferencias espectrales que se producen cuando la absorción de una especie interferente se solapa o aparece muy próxima a la absorción del analito, de modo que su resolución por el monocromador resultan imposibles. [9]

4.7.1 Interferencias químicas

4.7.1.1 Formación de compuestos poco volátiles

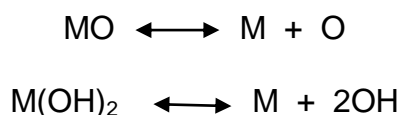
Los aniones oxigenados, los fosfatos y los sulfatos producen compuestos de baja volatilidad con el analito los cuales afectan la velocidad de atomización; lo que origina resultados menores que los esperados.

En muchas ocasiones pueden eliminarse o atenuarse las interferencias debidas a la formación de especies poco volátiles aumentando la temperatura. También se pueden emplear agentes liberadores, que son cationes que reaccionan con el interferente e impiden su interacción con el analito.

Los agentes protectores impiden las interferencias formando especies estables volátiles con el analito. [9]

4.7.1.2 Equilibrios de disociación

En el medio gaseoso y caliente de una llama, ocurren numerosas reacciones de disociación y asociación que provocan la conversión de los constituyentes metálicos a su estado fundamental. En consecuencia debería ser posible formular equilibrios como



Donde M representa los átomos del analito

Las reacciones de disociación en las que intervienen óxidos e hidróxidos metálicos juegan un papel importante en la determinación de la naturaleza de los espectros de emisión o absorción de un elemento. Por ejemplo, los óxidos de los elementos alcalinotérreos son relativamente estables, con energías de disociación mayores a 5 eV. Las bandas moleculares que se producen por la presencia de óxidos e hidróxidos metálicos en la llama constituyen una característica importante de sus espectros excepto a temperaturas muy altas, estas bandas son más intensas que las líneas de los átomos o iones. Por el contrario, los óxidos e hidróxidos de los metales alcalinos se disocian mucho más fácilmente, por lo que las intensidades de las líneas de estos elementos son más elevadas, incluso a temperaturas relativamente bajas. [9]

4.7.1.3 Equilibrios de ionización

En las mezclas de combustión que contienen aire acetileno como oxidante, la ionización de los átomos y moléculas es pequeña y, por lo general, puede despreciarse. Sin embargo, en las llamas de temperatura más elevadas en las que el oxidante es el oxígeno o el óxido nitroso, la ionización es más importante y hay una concentración notable de electrones libres como consecuencia del equilibrio



Donde M representa a un átomo o molécula neutra y M^+ a su ion.

Es importante considerar que el tratamiento del proceso de ionización como un equilibrio con electrones libres como uno de los productos implica necesariamente que el grado de ionización de un metal este fuertemente influido por la presencia en la llama de otros metales ionizables. Así, si en el medio está presente no solo la especie M, sino también la especie B, y si B se ioniza según la ecuación



Entonces el grado de ionización de M se reducirá por el efecto de la acción de masas de los electrones formados a partir de B.

La presencia de equilibrios entre iones y átomos en las llamas tiene algunas consecuencias importantes en la espectroscopia de llama. Por ejemplo la intensidad de las líneas de absorción o emisión atómica de los metales alcalinos, está afectada de forma compleja por la temperatura. Las temperaturas elevadas provocan un aumento de la población de átomos excitados. Sin embargo, contrarrestando este efecto, hay una disminución de la concentración de átomos como resultado de la ionización. Por tanto, en determinadas circunstancias, en las llamas más caloríficas se puede observar una disminución de la absorción o emisión. Por esta razón, suelen utilizarse temperaturas de excitación más bajas para el análisis de los metales alcalinos.

Los efectos de los desplazamientos de los equilibrios de ionización con frecuencia se pueden eliminar con la adición de un supresor de ionización, el cual proporciona una concentración relativamente alta de electrones en la llama; como consecuencia se suprime la ionización del analito. [9]

4.7.2 Interferencias espectrales

Dado que las líneas de emisión de las fuentes de cátodo hueco son muy estrechas, es rara la interferencia debido a la superposición de las líneas. Para que exista esta interferencia, la separación entre las dos líneas tendría que ser menor de aproximadamente $0,1 \text{ \AA}$.

Las interferencias espectrales también se producen debido a la presencia de productos de combustión, que poseen bandas de absorción anchas, o de productos en forma de partículas, que dispersan la radiación. Ambos disminuyen la potencia del haz transmitido y dan lugar a errores analíticos positivos. Cuando la procedencia de estos productos es la mezcla de combustible y oxidante, se puede realizar fácilmente la corrección midiendo la absorbancia de un blanco.

Cuando la absorción o dispersión se debe a la matriz de la muestra, el problema es más complicado. En este caso, la potencia del haz transmitido, P , se reduce por la presencia de los componentes de la matriz, mientras que la potencia del haz incidente, P_r , no resulta afectada: por ello se produce un error positivo en la absorbancia y, por consiguiente en la concentración.

La interferencia debida a la dispersión también puede ser un problema cuando la muestra contiene especies orgánicas o cuando se utilizan disolventes orgánicos para disolver la muestra. En este caso, la combustión incompleta de la matriz orgánica deja partículas carbonosas que son capaces de dispersar la luz.

Afortunadamente, en la atomización con llama, las interferencias espectrales que provienen de los componentes de la matriz no siempre se producen, y con frecuencia se pueden evitar modificando los parámetros analíticos, como la temperatura y la relación combustible /oxidante. De una forma alternativa, si se conoce la causa de la interferencia, se puede añadir un exceso de la sustancia interferente tanto a la muestra como a los patrones. [9]

4.8 Concepto de calidad

La palabra calidad se ha definido de muchas maneras, pero podemos decir que es el conjunto de características de un producto o servicio que le confieren la aptitud para satisfacer las necesidades del cliente.

La calidad puede definirse como la conformidad relativa con las especificaciones, en lo que un producto cumple los requerimientos del diseño, entre otras cosas, mejorar su calidad, o también es encontrar la satisfacción de un producto cumpliendo con todas las expectativas que busca algún cliente,

siendo así controlado por reglas las cuales deben salir al mercado para ser inspeccionado y tenga los requerimientos estipulados por las organizaciones que hacen certificar algún producto.

ISO 9000 designa un conjunto de normas sobre calidad y gestión continua de calidad, establecidas por la Organización Internacional de Normalización (ISO). Se pueden aplicar en cualquier tipo de organización o actividad orientada a la producción de bienes o servicios.

4.9 Validación de un método

Según la norma ISO 9000_2000 el termino validación corresponde a una confirmación mediante un suministro de evidencia objetiva en el cual han cumplido los requisitos para una utilización o aplicación específica prevista.

NOTA 1 El término "validado" se utiliza para designar el estado correspondiente.

NOTA 2 Las condiciones de utilización para validación pueden ser reales o simuladas.

La validación ha sido objeto de atención por ser requerida en normas sobre sistemas de gestión de la calidad, sobre software y particularmente en la norma ISO 17025 sobre requisitos generales para laboratorios de calibración y ensayo.

La validación establece por medio de estudios realizados en el laboratorio una base de datos que demuestran científicamente que un método analítico tiene las características de desempeño que son adecuadas para cumplir los requerimientos de las aplicaciones analíticas ensayadas.

Implica la demostración de la determinación de las fuentes de variabilidad y del error sistemático y al azar de un procedimiento, no solo dentro de la calibración sino en el análisis de muestras reales.

Los estudios de validación demuestran que un método es utilizable para un analito en una matriz determinada usando la instrumentación especificada, la muestra a analizar y un tratamiento de datos especificado. **[10]**

Para cumplir con la validación de una metodología se debe seguir con los parámetros de desempeño analítico, que son características de validación que necesitan ser evaluadas como exactitud, precisión, límite de detección, límite de Cuantificación, linealidad, intervalo de linealidad y robustez. **[11]**

4.10 Parámetros de la validación

Para validar cualquier método analítico es necesario realizar un análisis estadístico para el manejo y análisis de datos, para llevar a cabo una correcta evaluación y respaldar las conclusiones que proporciona dicho análisis.

Entre los principales parámetros al realizar una validación se encuentran:

4.10.1 Precisión

Indica el grado de concordancia entre los datos obtenidos para el manejo y análisis de datos, para llevar a cabo una correcta evaluación y respaldar las conclusiones que proporciona dicho análisis. **[13]**

En la Espectroscopia de Absorción Atómica estos valores pueden verse afectados con lo siguiente:

- Fluctuaciones en la señal de emisión de la lámpara de cátodo hueco
- Fotomultiplicador
- Fluctuaciones en la llama
- Nebulizador y atomizador

Claramente las fuentes de error en la preparación de la muestra es otro de los factores que afectan la señal, produciendo interferencias que pueden ser controladas.

Por lo general se encuentran fluctuaciones en la llama debido a las variaciones del flujo del oxidante y del combustible, corrientes de aire y el ruido de la nebulización y atomización de la muestra, afectando la incertidumbre en la señal

Si la lámpara de cátodo hueco tiene una alta intensidad en el momento de la emisión, la presencia de ruido disminuye. En la actualidad las lámparas de cátodo hueco cumplen con las características para la mayoría de los elementos, aunque siempre se debe seguir mejorando la estabilidad de la lámpara para ciertos elementos. **[8]**

4.10.2 Desviación estándar

Se conoce como un parámetro de calidad de la precisión. La desviación estándar da como resultado un valor numérico que representa el promedio de diferencia que hay entre los datos y la media. Se utiliza la siguiente fórmula. **[13]**

$$S = \frac{\sum_i^N (X_i - X)^2}{N-1}$$

Donde

X_i es el dato que se está analizando

X es la media de los datos

N es el número de medidas

4.10.3 Coeficiente de variación

Es un parámetro estadístico que indica, en términos porcentuales, la dispersión de una serie de datos respecto al valor medio. El valor del coeficiente de variación (CV) es igual a 0 cuando no existen diferencias entre los puntos, resultando entonces una distribución totalmente homogénea, también es un parámetro de calidad de la precisión.

4.10.4 Límite de detección

El límite de detección es una función estadística que toma en cuenta la concentración del blanco, la sensibilidad y la relación señal/ruido. El límite de detección se define como la concentración más pequeña del analito en una muestra que puede ser detectada por una única medición, con un nivel de confianza determinado pero no necesariamente cuantificada con un valor exacto.

Haciendo uso a las escalas que están incorporadas en los instrumentos, una pequeña señal se puede ampliar a proporciones más leíbles, pero como consecuencia las pequeñas fluctuaciones o ruidos presentes también son amplificados, el nivel de ruido está presente en la línea base de absorbancia y en la señal de absorción, y como resultado habrá una menor concentración del elemento de análisis.

La señal/ruido se puede reducir o mejorar por el uso de tiempos de integración, el ruido se origina a partir de pequeñas inestabilidades en la salida de la señal de la lámpara, la nebulización, la llama, el fotomultiplicador y el sistema de lectura. Los límites de detección dependen del ruido, o más específicamente, la relación señal – ruido y por lo tanto una función del rendimiento de los componentes instrumentales. La sensibilidad según la definición anterior no es el ruido y es una función que depende directamente de los procesos de atomización, nebulización y de la llama. [8]

Se calcula con la mínima concentración de analito, no necesariamente cuantificable en este caso la concentración más baja del analito, este límite depende de la relación entre la magnitud de la señal analítica y el valor de las fluctuaciones estadísticas de la señal del blanco. Para ello se utiliza la siguiente fórmula. [12]

$$C_m = \frac{S_m - \hat{S}_{bl}}{m}$$

Dónde:

S_m es la desviación estándar

\hat{S}_{bl} es la suma de la señal media de la concentración del analito más bajo

m es la pendiente de la curva de calibrado

En la validación de la metodología se utilizó la siguiente formula

$$LD = 0 + 3S_m$$

Dónde:

S_m es la desviación estándar de la concentración más baja de los estándares del metal a analizar

4.10.5 Linealidad

Se refiere a la proporcionalidad entre la concentración y la señal producida por el instrumento, es decir a medida que aumenta la concentración aumenta la señal, se cumple la ley de Beer, se conoce como el coeficiente de correlación (r^2) arrojado por la curva de calibración cuyo valor aceptable es 1.

4.10.6 Reproducibilidad

Es la capacidad de un instrumento de dar el mismo resultado en mediciones diferentes realizadas en las mismas condiciones en diferentes periodos de tiempo. Esta cualidad debe evaluarse a largo plazo. Ésta es la gran diferencia con precisión que debe, en cambio, ser evaluada a corto plazo.

4.10.7 Porcentaje de recuperación

Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química que ha sido adicionada a una muestra, se expresa como porcentaje (%R) y se calcula de la siguiente manera

$$\%R = \frac{Cf - CU}{CA} * 100$$

Dónde:

CF concentración del analito medida en la muestra adicionada

CU es la concentración en la muestra no adicionada

CA es la concentración conocida adicionada a la muestra [7]

4.10.8 Exactitud

Expresa la cercanía entre el valor que es aceptado y el valor encontrado obtenido al aplicar el procedimiento de análisis un cierto número de veces, se expresa en términos de error.

$$\% \text{ Error} = \frac{\text{valor experimental} - \text{error teorico}}{\text{error teorico}} * 100$$

Tipos de errores

Se clasifican en dos tipos de errores

- **Error instrumental o sistemático**

Los errores instrumentales pueden surgir a través de la calibración incorrecta o un error que se presente en el método. Por ejemplo, la presencia de interferencias en la Espectroscopia de Absorción Atómica

dará un valor inconsistente a la hora de tomar la medida, este tipo de error no puede ser corregido por el promedio de los resultados.

Esta clase de errores son los responsables de las diferencias significativas entre los valores medidos y los valores correctos. [8]

- **Error relativo o aleatorio**

Este error afecta la precisión de una medición es decir produce resultados diferentes cada vez que se repite una medición. Ocasiona que los datos se distribuyan más o menos con simetrías alrededor de un valor promedio, pueden reducirse mediante la adopción de un promedio de las lecturas (Se refleja por su grado de precisión).

4.10.9 Límite de cuantificación

Se puede definir como la cantidad más pequeña de un analito que se pueda cuantificar confiablemente por el instrumento. Es un parámetro de análisis cuantitativo para niveles bajos de compuestos en matrices de muestra. [12]

4.10.10 Peps de Grubbs

Es el test de aceptación que detecta la distribución normal de los datos. El dato del test arroja los valores máximos y mínimos del ensayo. El resultado es una probabilidad que indica que los datos pertenecen a un rango de la población.

4.10.11 Patrones

Se define como soluciones de un mismo analito pero con diferentes concentraciones localizadas dentro del rango de aplicación de cierto método

Las soluciones utilizadas para la calibración se preparan a partir de un estándar comercial que generalmente tiene una concentración de 1000 ppm. A la hora de preparar los patrones el material de vidrio es adecuado para realizar dicha soluciones, pero no para su almacenamiento.

La acidificación de las soluciones acuosas es muy importante ya que logra la estabilización de las muestras y más si las concentraciones son bajas ya que están sujetos a los efectos de la hidrólisis ocasionando problemas con las lecturas de estas muestras. [8].

4.10.12 Curvas de calibración

Para realizar el método de la curva de calibrado se introducen en el instrumento varios patrones que contienen concentraciones exactamente conocidas del analito a analizar y se registra la señal instrumental. Normalmente esta señal se corrige con la correspondiente señal obtenida con el blanco. Los datos obtenidos se representan para obtener una gráfica de la señal corregida del instrumento frente a la concentración de analito.

4.10.13 Blanco

Es un sistema físico que no contiene muestra real y por consiguiente no debería contener el analito de interés, pero que debe contener todos los reactivos que se utilizan en el método de análisis, y ser sometido a las mismas condiciones y al mismo procedimiento que las muestras reales y los estándares.

4.10.14 Muestra

El término se refiere a cada sistema físico que sea sometido al procedimiento de análisis siguiendo el método que se está estandarizando, en este caso una muestra adicionada.

4.10.15 Muestra adicionada

Es una muestra natural o real a la cual se le ha adicionado una cantidad conocida del analito que se está estudiando.

5. MARCO LEGAL

La norma que rige es la resolución 2115 del decreto 1575 de 2007 del Ministerio de la protección social, Ministerio de ambiente, vivienda y desarrollo territorial donde se menciona el valor máximo aceptable para el Cadmio, Níquel y Plomo información se encuentra en el siguiente artículo del presente decreto:

Artículo 5º. Características químicas de sustancias que tienen reconocido efecto adverso en la salud humana.

Las características químicas del agua para el consumo humano de los compuestos químicos y mezclas de compuestos químicos diferentes a los plaguicidas y a otras sustancias que sobrepasan los valores máximos aceptables tienen reconocido efecto adverso en la salud humana, deben enmarcarse dentro de los valores máximos aceptables que se señalan a continuación [1]

Características químicas que tienen reconocido efecto adverso en la salud humana.

CARACTERISTICAS	EXPRESADAS COMO	VALOR ADMISIBLE mg/L
Antimonio	Sb	0.02
Arsénico	As	0.01
Bario	Ba	0.7
Cadmio	Cd	0.003
Cobre	Cu	1.0
Cromo Hexavalente	Cr ⁺⁶	0.01
Mercurio	Hg	0.001
Molibdeno	Mo	0.07
Níquel	Ni	0.02
Plata	Ag	0.01
Plomo	Pb	0.01
Selenio	Se	0.01
Trihalometanos Totales	THMs	0.2
Hidrocarburos Aromáticos policíclicos	HAP	0,01

Tabla No 4. Niveles aceptables para ciertas sustancias químicas en el agua potable Resolución 2115/2007

6. METODOLOGÍA

Para el proceso de validación de la metodología de espectroscopia de absorción atómica de llama para la determinación de Cadmio, Níquel y Plomo, se utiliza el procedimiento propuesto por el Laboratorio de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.

El procedimiento general para la validación de la metodología de absorción atómica para la determinación de los metales nombrados anteriormente fue el siguiente:

Materiales y equipo

Estándar

Se utilizaron estándares comerciales de marca Panreac de 1000 mg/L \pm 0.02 de concentración del metal a analizar

Muestra de análisis

Se utilizó agua potable del acueducto Tribunas Corcega, que posteriormente es contaminada con diferentes concentraciones del metal de análisis

Espectrómetro de Absorción Atómica

Se utilizó el equipo de espectroscopia de Absorción Atómica SHIMADZU AA-7000 el cual es programado a través del software WizAArd, instalado en el ordenador, para que cumpla con las condiciones necesarias para el análisis de cada metal; este equipo se encuentra ubicado en el laboratorio de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.



Imagen 4. Espectrofotómetro de Absorción Atómica

Conceptos utilizados para realizar la validación

Para facilitar el proceso de la validación se formó un grupo básico para reconocimiento de las muestras según el Protocolo De Validación de Métodos del IDEAM Instituto De Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales de Colombia y Eurachem.

üBK se refiere al blanco de los reactivos y procedimiento

üE.b estándar de concentración baja

üE.m estándar de concentración media

üE.a estándar de concentración alta

üM1 muestra natural para ver los efectos de la matriz real

üM2 muestra natural para ver los efectos de la matriz real, concentración >>M1

üM1A.b muestra adicionada con un nivel bajo

üMA.a muestra adicionada con un nivel alto **[13]**

Materiales

- Matraces de 200 y 500 ml
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 5, 10,15, 20, 25, 50 ml
- Frascos plásticos de 200 ml

Parte Experimental

Primero se define la metodología analítica que se aplica para determinar cuál de todos los métodos de concentración de muestra son los apropiados:

- Digestiones con Ácido Nítrico y Ácido Clorhídrico Concentrado.
- Calentamiento con estufa eléctrica para reducir su volumen
- Calentamiento con estufa hasta evaporación.

Preparación de la muestra

Se tomó 5 ml de cada estándar comercial de los metales Cadmio, Níquel y Plomo para preparar soluciones de 10 mg/L de cada metal, para ello estos mililitros se aforan a un volumen de 500 ml, esta solución se conoce como la solución madre.

De la solución madre se toman 5 ml y se lleva a un volumen de 500 ml, quedando una solución de 0,1 mg/L para cada metal, luego se toman 20 ml de esta última solución que es preparada para cada metal y se contamina una muestra de agua tratada proporcionada por el Laboratorio de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira, luego es aforada a un volumen de 2000 ml, a dicha solución se le llamo Solución A. la cual es concentrada de tres diferentes formas,

Digestión con ácido nítrico y ácido clorhídrico concentrado

Se tomaron 200 ml de la solución antes preparada en un beaker y se agregaron 2 ml de ácido nítrico concentrado, luego se lleva a una plancha de calentamiento para reducir su volumen a $\frac{1}{4}$ parte, luego esta solución se deja enfriar y se le agrego 2 ml de ácido clorhídrico concentrado, por ultimo esta solución de aforo a 200 ml, para su posterior análisis,

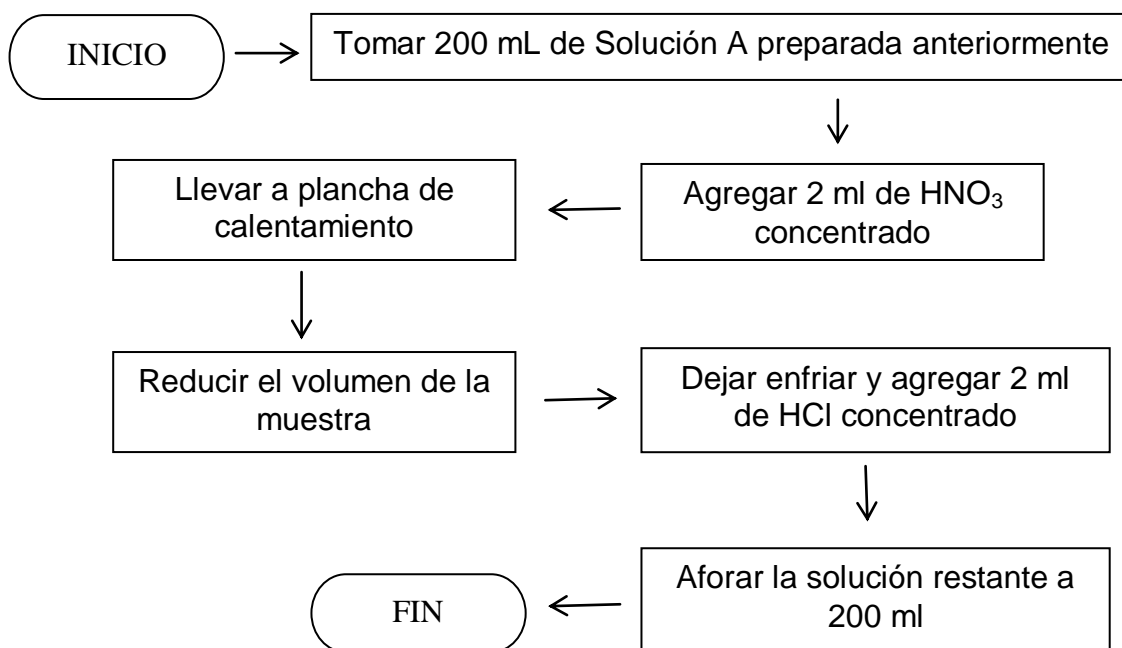


Diagrama 1. Calentamiento con plancha de calentamiento

Calentamiento con estufa eléctrica

Se tomó 200 ml de la solución A preparada anteriormente, se llevó a un beaker y se colocó en una estufa de hornilla para reducir su volumen hasta casi sequedad, y se aforo a 200 ml para su posterior análisis.

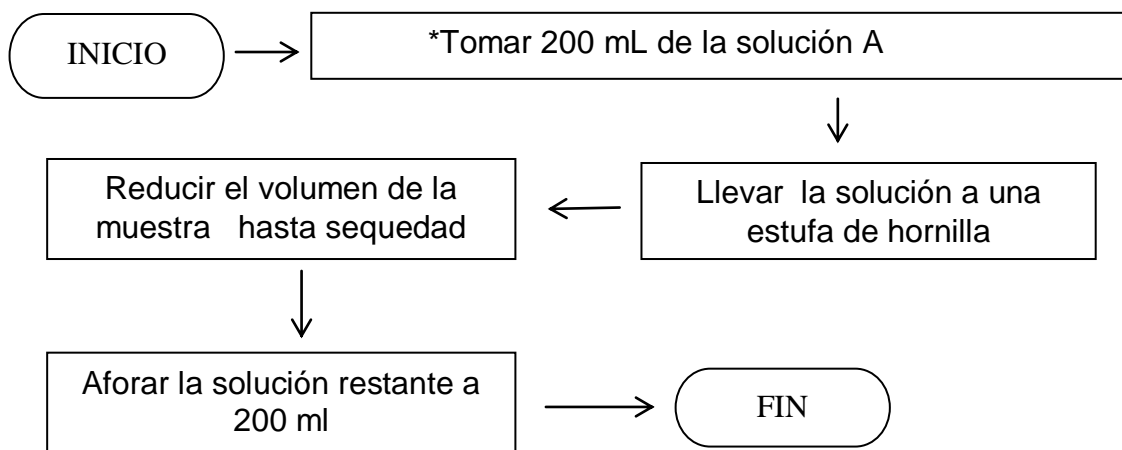


Diagrama 2. Calentamiento con estufa de hornilla

Calentamiento estufa

Se tomaron 500 ml de la solución A preparada anteriormente, se llevó a un beaker, y esta solución se llevó a una estufa por un periodo de 24 horas para que la solución se seque completamente. Luego el beaker se sacó de la estufa y se lavó con agua destilada, luego este lavado es aforado a 50 ml para su posterior análisis.

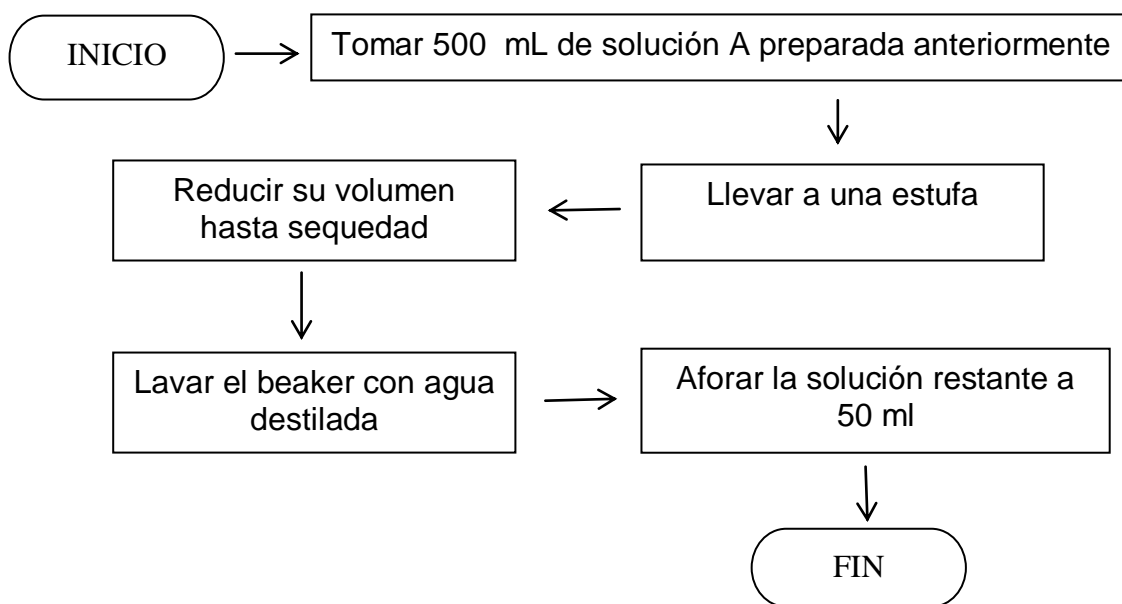


Diagrama 3. Calentamiento con estufa

Para leer estas tres muestras resultantes fue necesario realizar curvas de calibración de los metales en mención

PLOMO

Se toma los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L antes preparada para realizar dicha curva de calibración

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución madre a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,1	1,0
2	1,0	10,0
3	2,0	20,0
4	3,0	30,0
5	4,0	40,0

Tabla No. 5 Patrones de Plomo para el análisis preliminar.

CADMIO

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución madre a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,1	1,0
2	0,2	2,0
3	0,3	3,0
4	0,4	4,0
5	0,5	5,0

Tabla No. 6 Patrones de Cadmio para el análisis preliminar

Después de realizar las lecturas de las muestras concentradas de diferentes formas con la respectiva curva de calibración para cada metal se concluye que la concentración de la muestra que da mejor respuesta es la concentración de ácidos.

Posteriormente se procede a realizar la validación, empezando por preparar la solución madre para cada metal, posteriormente las curvas de calibrado y las muestras adicionadas, y por último se procede a leer la muestras.

6.1 Agua Potable

Muestra natural

La muestra de análisis es agua potable proporcionada por el acueducto Tribunas Corcega, es Agua tratada lista para el consumo humano es decir cumple con todos los requerimientos nombrados en la resolución 2115 de 2007 Para el proceso de validación la muestra es nombrada como ÜM2

6.1.1 Metal Cadmio

Preparación de la solución madre

Para la preparación de la solución madre se utiliza el estándar comercial del Cadmio marca Panreac Química S.A en forma de sal $\text{Cd}_3\text{O}_{12}\text{S}_3 \cdot 8 \text{H}_2\text{O}$, con una concentración de $1000\text{mg/L} \pm 0,02$, con lote # 0000094946 con una fecha de expiración de 9/2011.

Se toma un volumen de 5 ml con una pipeta volumétrica y se afora a un volumen de 500 ml con la ayuda de un matraz, agregando previamente 2 ml de

ácido nítrico concentrado, esta solución tiene con una concentración de 10 mg/L.

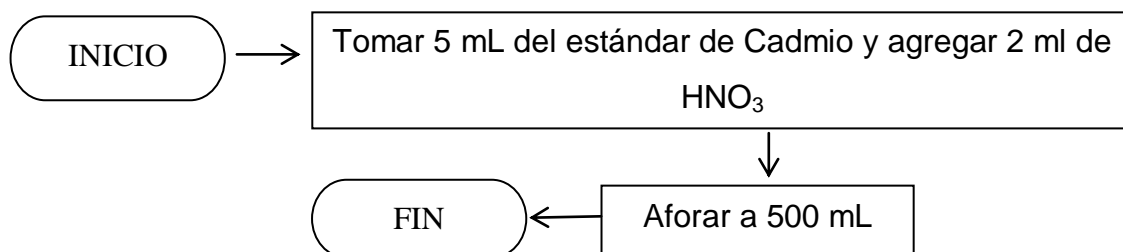


Diagrama 4. Preparación de la solución madre para el metal Cadmio

Curva de calibración

Los diferentes patrones que sirven para la curva de calibración, tomando un volumen conocido de la solución de 10 mg/L del dicho metal, aforando los patrones a 200 ml y agregando 0,15 ml de ácido nítrico para permitir su estabilidad en el tiempo.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,1	2,0
2	0,2	4,0
3	0,3	6,0
4	0,4	8,0
5	0,5	10,0

Tabla No. 7 Patrones de Cadmio para realizar la validación

Soluciones para la validación

Para el proceso de validación es necesario preparar soluciones que tengan una concentración conocida y que se encuentre entre las concentraciones de los estándares que se utilizan para las curvas de calibración.

Para esto se toma los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L y se preparan dichas soluciones llevándolas a 200 ml y agregando 0,15 ml de ácido nítrico

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco üBK	0,0	0,0
Estándar de concentración baja üE.b (0,1mg/l)	0,1	2,0
Estándar de concentración media üE.a (0,5 mg/l)	0,5	10,0

Tabla No 8. Estándares para el metal Cadmio

Muestras adicionadas

La muestra de agua que se toma como referencia para realizar la validación fue proporcionada por el acueducto de Tribunas Corcega, dicha muestra es contaminada con Cadmio, utilizando la solución de 10 mg/L, se realiza una digestión con el ácido nítrico y ácido clorhídrico, se aforar la solución restante pero con agua desionizada a 200 ml.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Muestra natural agua de Acueducto Tribunas Corcega üM1	N.A	0
Muestra natural agua laboratorio de aguas y alimentos üM2	N.A	0
Muestra natural agua de Acueducto Tribunas Corcega adicionada üM1A.b (0,03mg/L)	0,03	3,0

Tabla No 9. Muestras adicionadas para el metal Cadmio

6.1.2 Metal Plomo

Preparación de la solución madre

Se utiliza un estándar comercial de marca Panreac Química S.A como Plomo (II) acetato 3- Hidrato $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$, con una concentración de 1000 mg/L \pm 0,02, perteneciente al lote # 0000124408 con una fecha de expiración del 5/2012.

Se toman cinco mililitros de dicho estándar y llevándolos a 500 ml, agregando posteriormente 2 ml de Ácido Nítrico concentrado, de esta manera la solución madre presenta una concentración de 10 ppm.

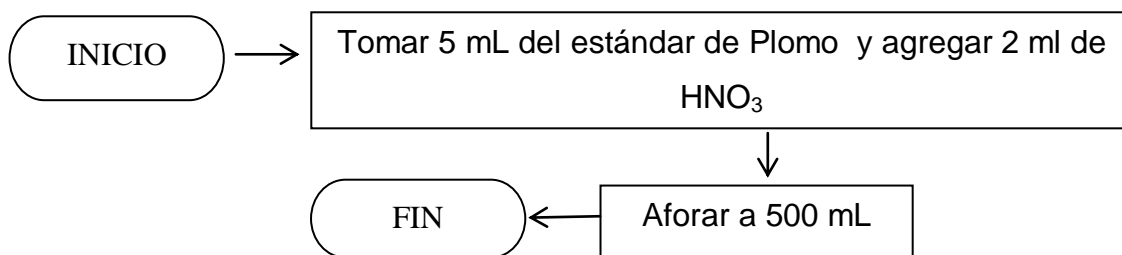


Diagrama 5. Preparación de la solución madre para el metal Plomo

Curva de calibración

Para realizar la curva de calibrado para el metal plomo se utiliza la solución de 10 mg/L tomando un volumen conocido de la misma como se indica en la tabla No. 10, aforando los patrones a 200 ml con la ayuda de matraces y agregando 0,15 mililitros de ácido nítrico concentrado.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,5	10,0
2	1,0	20,0
3	2,0	40,0
4	3,0	60,0
5	4,0	80,0

Tabla No. 10 Patrones de Plomo para realizar la validación

Soluciones necesarias para la validación

Se necesita preparar estas soluciones con concentraciones conocidas para realizar la validación, ya que con estas soluciones se analizarán los atributos estadísticos del método, para esto se toman los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L se aforan a 200 ml y se agrega 0,15 ml a cada una de las soluciones a preparar.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de solución a tomar (mL)
Blanco üBK	0,0	0,0
Estándar de concentración baja üE.b (0,5 mg/l)	0,5	10,0
Estándar de concentración media üE.m (2,0 mg/l)	2,0	40,0

Tabla No 11. Estándares para el metal Plomo

Muestras adicionadas

La muestra de agua que se toma como referencia para realizar la validación fue proporcionada por el acueducto de Tribunas Corcega, dicha muestra es contaminada con Plomo, utilizando la solución de 10 mg/L, se realiza una digestión con el ácido nítrico y ácido clorhídrico, se aforar la solución restante pero con agua desionizada a 200 ml.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Muestra natural agua de Acueducto Tribunas Corcega üM1	N.A	0
Muestra natural agua laboratorio de aguas y alimentos üM2	N.A	0
Muestra natural agua de Acueducto Tribunas Corcega adicionada üM1A.b (0,1mg/L)	0,1	20,0
Muestra natural agua de Acueducto Tribunas Corcega adicionada üM1A.a (0,3 mg/L)	0,3	60,0

Tabla No 12. Muestras adicionadas para el metal Plomo

6.1.3 Metal Níquel

Solución madre

Para la preparación de la solución madre es utilizada un estándar comercial marca Panreac Química S.A como $\text{Ni}(\text{HNO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ con una concentración de 1000 mg/L \pm 0,02 perteneciente al lote # 0000113126, con una fecha de expiración 9/2011.

Se toman 5 mililitros del estándar y llevándolos a 500 ml con la ayuda de un balón aforado y agregando posteriormente 2 mililitros de ácido Nítrico concentrado quedando una solución con una concentración de 10 mg/L.

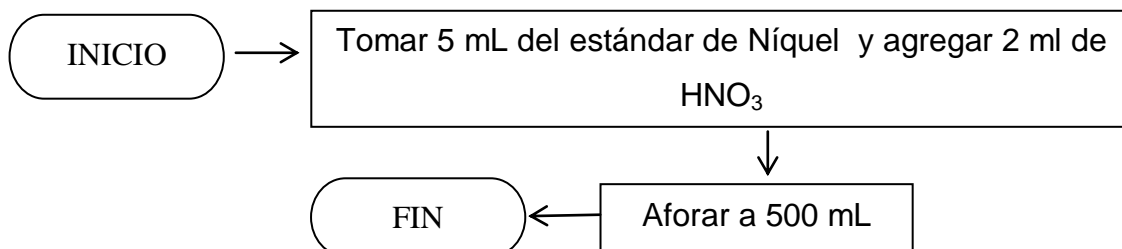


Diagrama 6. Preparación de la solución madre para el metal Níquel

Curva de calibración

Para realizar la curva de calibración se toman los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L aforando los patrones a 200 ml con la ayuda de matraces y agregando 0,15 ml de ácido nítrico concentrado

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,25	5,0
2	0,5	10,0
3	1,0	20,0
4	1,5	30,0
5	2,0	40,0
6	2,5	50,0

Tabla No.13 Patrones de Níquel para realizar la validación

Soluciones necesarias para la validación

Para realizar la validación es necesario realizar estándares con concentraciones conocidas para conocer las condiciones y la respuesta del equipo a la hora de realizar dicho análisis, para esto se toman necesarios de la solución de 10 mg/L y se aforan a 200 ml con agua destilada y posteriormente se agrega a cada solución 0,15 mililitros de ácido nítrico concentrado

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco ÜBK	0,0	0,0
Estándar de concentración baja üE.m (1,5mg/l)	1,5	30,0
Estándar de concentración media üE.b (2,5 mg/l)	2,5	50,0

Tabla No 14. Estándares para el metal Níquel

Muestras adicionadas

La muestra natural se toma como referencia y otra muestra de la llave proporcionada por el laboratorio de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira y las otras muestras son contaminadas con los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L llevándolos a 200 mililitros con la misma muestra natural y concentrando dichas soluciones con la ayuda de ácidos, luego la solución es aforada a 200 mililitros con agua destilada

Primer ensayo

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Muestra natural agua de laboratorio de aguas y alimentos üM1	N.A	0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM2	N.A	0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM1A (0,01mg/L)	0,01	1,0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM1A.a (0,2mg/L)	0,2	20,0

Tabla No 15. Muestras adicionadas para el metal Níquel

Segundo ensayo

El segundo ensayo para el metal Níquel se realizó ya que la concentración mínima (0,01 mg/L) de este metal no arrojó los resultados esperados debido a que la sensibilidad del equipo no es tan baja para este metal.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Muestra natural agua de laboratorio de aguas y alimentos üM1	N.A	0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM1A.b (0,02mg/L)	0,02	2,0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM1A.m (0,05mg/L)	0,05	5,0
Muestra natural agua de laboratorio de agua y alimentos adicionada üM1A.a (0,08mg/L)	0,08	8,0

Tabla No 16. Muestras adicionadas para el segundo ensayo del metal Níquel en agua potable

6.2 Agua residual

Muestra de análisis

El agua residual utilizada fue proporcionada por la empresa Plásticos Penuel ubicada vía Zaragoza, la cual se encarga de realizar el lavado de las carcasas de baterías de carros y motos para realizar productos con dicho material.

El agua proporcionada se utilizó para realizar las lecturas de plomo y cadmio con el fin de realizar la verificación. El procedimiento de la verificación consiste en tomar dos tipos de muestras, en la primera se utiliza el agua residual de la empresa Plásticos Penuel, y la segunda muestra es el agua tratada por la misma empresa para ser reutilizada para el lavado de las carcasas de las baterías.

De dichas muestras se tomó una alícuota y se procedió a hacer varias lecturas para la determinación tanto de cadmio como plomo, tomando como curva de calibración los mismos patrones utilizados para la validación.

Lectura de Cadmio

Muestra	Concentración [ppm]	Absorbancia
Sucia 1	0,2516	0,1066
Sucia 2	0,2516	0,1066
Sucia 3	0,2521	0,1068
Limpia 1	0,1918	0,0810
Limpia 2	0,1390	0,0584
Limpia 3	0,2114	0,0894

Tabla No 17. Resultados de la determinación de Cadmio en agua residual

6.2.1 Metal Cadmio

Preparación de la solución madre

Para la preparación de la solución madre se toma el mismo estándar comercial del metal Cadmio utilizado para realizar la solución madre para el análisis del agua potable, se toma un volumen de 5 ml con una pipeta volumétrica y se afora a un volumen de 500 ml con la ayuda de un matraz, agregando previamente 2 ml de ácido nítrico concentrado, esta solución patrón queda con una concentración de 10 mg/L

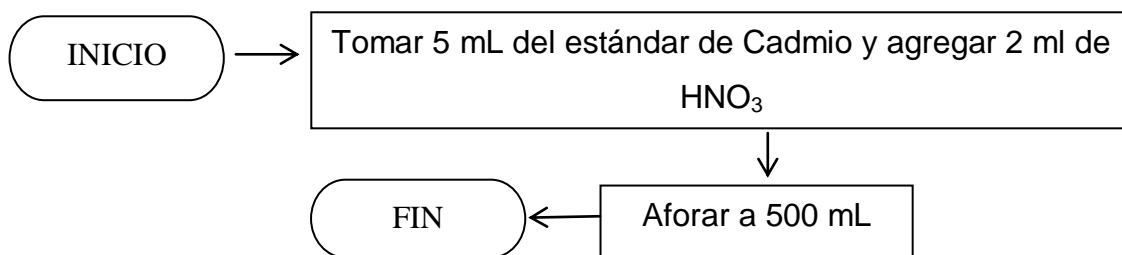


Diagrama 7. Preparación de la solución madre para el metal Cadmio para la verificación

Curva de calibración

A partir de la solución de 10 mg/L se realizan diferentes patrones, tomando un volumen conocido de la misma solución y aforando a 200 ml y agregando 0,15 mililitros de ácido nítrico concentrado

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,1	2,0
2	0,2	4,0
3	0,3	6,0
4	0,4	8,0
5	0,5	10,0
6	1,0	20,0
7	1,2	24,0

Tabla No 18. Patrones de Cadmio para realizar la verificación en agua residual

Tratamiento de la muestra para le determinación de Cadmio

La muestra de agua proporcionada por la empresa Plásticos Penuel, fue contaminada con el metal Cadmio, utilizando la solución de 10 mg/L para este fin, llevando las soluciones a 100 ml aforándolas con la misma solución, para concentrar estas muestras se utilizó la digestión con el ácido nítrico y ácido clorhídrico mencionado anteriormente, y la solución que quedo fue aforada a 100 mililitros utilizando agua destilada

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Muestra residual de agua Plásticos Penuel	N.A	0
Muestra residual de agua Plásticos Penuel adicionada (0,5 mg/L)	0,5	10,0
Muestra residual de agua Plásticos Penuel adicionada (1,0 mg/L)	1,0	20,0

Tabla No 19. Muestras adicionadas para el metal Cadmio en agua residual

6.2.2 Metal Plomo

Preparación de la solución madre

Para la preparación de la solución madre se utilizó el mismo estándar comercial utilizado para realizar la validación en aguas tratadas, tomando 5 mililitros del mismo y llevándolos a 500 mililitros con la ayuda de un matraz y agregando antes del aforo 2 mililitros de ácido nítrico concentrado.

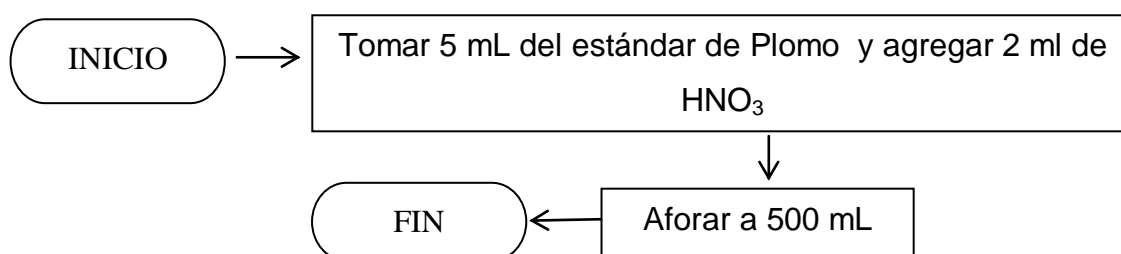


Diagrama 8. Preparación de la solución madre para el metal Plomo para realizar la verificación

Curva de calibración

Para realizar los patrones para la calibración de la curva se toman los mililitros necesarios para cada estándar y se llevan a 200 ml con la ayuda de matraces, agregando 0,15 mililitros de ácido nítrico concentrado para permitir su conservación.

Patrón	Concentración mg/L)	Volumen de Solución estándar a tomar (mL)
Blanco	0,0	0,0
1	0,5	10,0
2	1,0	20,0
3	2,0	40,0
4	3,0	60,0
5	4,0	80,0

Tabla No 20. Patrones de Plomo para realizar la verificación en agua residual

Tratamiento de la muestra para la determinación de Plomo

La muestra de agua proporcionada por la empresa Plásticos Penuel, fue contaminada con el metal Plomo, utilizando los mililitros necesarios de la solución de 10 mg/L aforando cada muestra a 100 mililitros con la misma muestra natural y concentrando estas soluciones utilizando una plancha de calentamiento para reducir su volumen, posteriormente la solución restante es aforada con matraces de 100 mililitros utilizando agua destilada.

Patrón	Concentración (mg/L)	Volumen de solución estándar a tomar (mL)
Muestra natural agua de Plásticos Penuel	N.A	0
Muestra natural agua de Plásticos Penuel adicionada üM1A.b (1,0 mg/L)	1,0	10,0
Muestra natural agua de Plásticos Penuel adicionada üM1A.b (1,0 mg/L)	1,0	10,0

Tabla No 21. Muestras adicionadas para el metal Plomo en agua residual

7. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La parte experimental consistió en varias etapas, en la primera etapa se definió la metodología analítica a usar, luego se procedió a realizar todas las soluciones necesarias para la ejecución de la validación de cada uno de los metales entre las cuales están las curvas de calibración y las muestras adicionadas, finalmente se procedió a la lectura de estas durante siete días consecutivos.

El equipo utilizado fue el espectrofotómetro de absorción atómica de llama (SHIMADZU AA-7000 el cual es programado a través del software WizAard)

7.1 Lecturas de patrones y muestras

7.1.1 Metal Cadmio.

7.1.1.1 Agua potable para el metal Cadmio

FECHA LECTURAS	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0046
25/10/2010	0,0000	0,0068
27/10/2010	0,0000	-0,0016
27/10/2010	0,0000	-0,0022
29/10/2010	0,0000	0,0007
03/11/2010	0,0000	0,0021
02/03/2011	0,0000	-0,0060

Tabla No. 22 Lectura del blanco de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 1 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,1000	0,0955
25/10/2010	0,1000	0,0854
27/10/2010	0,1000	0,0961
27/10/2010	0,1000	0,0963
29/10/2010	0,1000	0,0916
03/11/2010	0,1000	0,0938
02/03/2011	0,1000	0,0992

Tabla No. 23 Lectura del estándar 1 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 2 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,2000	0,2081
25/10/2010	0,2000	0,2065
27/10/2010	0,2000	0,2049
27/10/2010	0,2000	0,2082
29/10/2010	0,2000	0,2096
03/11/2010	0,2000	0,2023
02/03/2011	0,2000	0,2033

Tabla No. 24 Lectura del estándar 2 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 3 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,3000	0,3083
25/10/2010	0,3000	0,3025
27/10/2010	0,3000	0,3043
27/10/2010	0,3000	0,3006
29/10/2010	0,3000	0,3007
03/11/2010	0,3000	0,3037
02/03/2011	0,3000	0,3117

Tabla No. 25 Lectura del estándar 3 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 5 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,5000	0,4927
25/10/2010	0,5000	0,4988
27/10/2010	0,5000	0,4962
27/10/2010	0,5000	0,4971
29/10/2010	0,5000	0,4974
03/11/2010	0,5000	0,4981
02/03/2011	0,5000	0,4918

Tabla No. 26 Lectura del estándar 4 de Cadmio

FECHA LECTURAS	üBK (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	0,0104
25/10/2010	0,0000	0,0017
27/10/2010	0,0000	-0,0016
27/10/2010	0,0000	0,0004
29/10/2010	0,0000	0,0238
03/11/2010	0,0000	0,0130
02/03/2011	0,0000	-0,0037

Tabla No. 27 Lectura del üBK de Cadmio

FECHA LECTURAS	üE.b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,1000	0,0900
25/10/2010	0,1000	0,1025
27/10/2010	0,1000	0,0957
27/10/2010	0,1000	0,0004
29/10/2010	0,1000	0,0864
03/11/2010	0,1000	0,0988
02/03/2011	0,1000	0,1015

Tabla No. 28 lectura del üE.b de Cadmio

FECHA LECTURAS	üE.a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,5000	0,5014
25/10/2010	0,5000	0,4956
27/10/2010	0,5000	0,5082
27/10/2010	0,5000	0,4925
29/10/2010	0,5000	0,4769
03/11/2010	0,5000	0,4840
02/03/2011	0,5000	0,5288

Tabla No. 29 Lectura del üE.a de Cadmio

FECHA LECTURAS	üM1A.b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0300	0,0293
25/10/2010	0,0300	0,0291
27/10/2010	0,0300	0,0292
27/10/2010	0,0300	0,0295
29/10/2010	0,0300	0,0277
03/11/2010	0,0300	0,0291
02/03/2011	0,0300	0,0292

Tabla No. 30 lectura del üM1A.b de Cadmio

FECHA LECTURAS	üM1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0014
25/10/2010	0,0000	0,0027
27/10/2010	0,0000	-0,0042
27/10/2010	0,0000	-0,0025
29/10/2010	0,0000	0,0091
03/11/2010	0,0000	0,0089
02/03/2011	0,0000	-0,0042

Tabla No. 31 Lectura del üM1 de cadmio

FECHA LECTURAS	üM2 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0055
25/10/2010	0,0000	0,0008
27/10/2010	0,0000	-0,0006
27/10/2010	0,0000	-0,0002
29/10/2010	0,0000	0,0047
03/11/2010	0,0000	*****
02/03/2011	0,0000	-0,0042

Tabla No. 32 Lectura del üM2 de Cadmio

7.1.1.2 Agua residual para el metal Cadmio

FECHA LECTURA	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,0000	-0,0280
09/06/2011	0,0000	-0,0427
13/06/2011	0,0000	-0,0480
13/06/2011	0,0000	-0,0367
14/06/2011	0,0000	-0,0271
14/06/2011	0,0000	-0,0303

Tabla No. 33 Lectura Blanco de Cadmio

FECHA LECTURA	Estándar 1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,1000	0,0933
09/06/2011	0,1000	0,0863
13/06/2011	0,1000	0,0885
13/06/2011	0,1000	0,0833
14/06/2011	0,1000	0,0866
14/06/2011	0,1000	0,0933

Tabla No. 34 Lectura estándar 1 de Cadmio

FECHA LECTURA	Estándar 2 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,2000	0,2041
09/06/2011	0,2000	0,2083
13/06/2011	0,2000	0,2127
13/06/2011	0,2000	0,2072
14/06/2011	0,2000	0,2085
14/06/2011	0,2000	0,2073

Tabla No. 35 Lectura estándar 2 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 3 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,3000	0,2948
09/06/2011	0,3000	0,3026
13/06/2011	0,3000	0,2979
13/06/2011	0,3000	0,2984
14/06/2011	0,3000	0,2952
14/06/2011	0,3000	0,2916

Tabla No. 36 Lectura estándar 3 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 4 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,4000	0,4312
09/06/2011	0,4000	0,4437
13/06/2011	0,4000	0,4405
13/06/2011	0,4000	0,4397
14/06/2011	0,4000	0,4260
14/06/2011	0,4000	0,4296

Tabla No. 37 Lectura estándar 4 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar5 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,5000	0,5205
09/06/2011	0,5000	0,5310
13/06/2011	0,5000	0,5467
13/06/2011	0,5000	0,5354
14/06/2011	0,5000	0,5330
14/06/2011	0,5000	0,5320

Tabla No. 38 Lectura estándar 5 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 6 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	1,0000	1,0112
09/06/2011	1,0000	0,9950
13/06/2011	1,0000	0,9872
13/06/2011	1,0000	1,0009
14/06/2011	1,0000	0,9961
14/06/2011	1,0000	0,9893

Tabla No. 39 Lectura estándar 6 de Cadmio

FECHA LECTURAS	Estándar 7 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	1,2000	1,1729
09/06/2011	1,2000	1,1758
13/06/2011	1,2000	1,1773
13/06/2011	1,2000	1,1719
14/06/2011	1,2000	1,1818
14/06/2011	1,2000	1,1871

Tabla No. 40 Lectura estándar 7 de Cadmio

FECHA LECTURA	übK (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,0000	0,3056
09/06/2011	0,0000	1,1681
13/06/2011	0,0000	0,2668
13/06/2011	0,0000	0,2697
14/06/2011	0,0000	0,2864
14/06/2011	0,0000	0,2752

Tabla No. 41 Lectura del übK de Cadmio

FECHA LECTURAS	üM1A.b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	0,5000	0,8305
09/06/2011	0,5000	0,2686
13/06/2011	0,5000	0,7662
13/06/2011	0,5000	0,7684
14/06/2011	0,5000	0,7752
14/06/2011	0,5000	0,7477

Tabla No. 42 Lectura del üM1A.b de Cadmio

FECHA LECTURAS	üM1A.a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
30/05/2011	1,0000	1,2678
09/06/2011	1,0000	0,7393
13/06/2011	1,0000	1,1834
13/06/2011	1,0000	1,1764
14/06/2011	1,0000	1,2003
14/06/2011	1,0000	1,1745

Tabla No. 43 lectura del üM1A.a de Cadmio

7.1.2 Metal Níquel

7.1.2.1 Agua potable para el metal Níquel

FECHA LECTURAS	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0409
25/10/2010	0,0000	-0,0764
27/10/2010	0,0000	-0,0418
27/10/2010	0,0000	-0,0349
29/10/2010	0,0000	-0,0093
03/11/2010	0,0000	-0,0268
02/03/2011	0,0000	-0,0500

Tabla No. 44 lectura del blanco de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,5000	0,4981
25/10/2010	0,5000	0,5308
27/10/2010	0,5000	0,5051
27/10/2010	0,5000	0,4928
29/10/2010	0,5000	0,4658
03/11/2010	0,5000	0,4689
02/03/2011	0,5000	0,4717

Tabla No. 45 lectura estándar 1 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 2 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	1,0000	1,0203
25/10/2010	1,0000	1,0397
27/10/2010	1,0000	1,0322
27/10/2010	1,0000	1,0205
29/10/2010	1,0000	1,0184
03/11/2010	1,0000	1,0300
02/03/2011	1,0000	0,9892

Tabla No. 46 lectura estándar 2 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 3 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	1,5000	1,5437
25/10/2010	1,5000	1,5440
27/10/2010	1,5000	1,5256
27/10/2010	1,5000	1,5317
29/10/2010	1,5000	1,5292
03/11/2010	1,5000	1,5462
02/03/2011	1,5000	1,7035

Tabla No. 47 lectura estándar 3 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 4 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	2,0000	2,0636
25/10/2010	2,0000	2,0517
27/10/2010	2,0000	2,0411
27/10/2010	2,0000	2,0782
29/10/2010	2,0000	2,0695
03/11/2010	2,0000	2,0758
02/03/2011	2,0000	2,0825

Tabla No. 48 lectura estándar 4 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 5 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	2,5000	2,4151
25/10/2010	2,5000	2,4102
27/10/2010	2,5000	2,4379
27/10/2010	2,5000	2,4116
29/10/2010	2,5000	2,4264
03/11/2010	2,5000	2,4059
02/03/2011	2,5000	2,3219

Tabla No. 49 lectura estándar 5 de Níquel.

FECHA LECTURAS	üBK (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0197
25/10/2010	0,0000	-0,0527
27/10/2010	0,0000	-0,0511
27/10/2010	0,0000	-0,0228
29/10/2010	0,0000	0,0535
03/11/2010	0,0000	-0,2033
02/03/2011	0,0000	-0,0500

Tabla No. 50 lectura üBK de Níquel

FECHA LECTURAS	üE.m (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	1,5000	1,5615
25/10/2010	1,5000	1,5350
27/10/2010	1,5000	1,5140
27/10/2010	1,5000	1,5085
29/10/2010	1,5000	1,5009
03/11/2010	1,5000	1,5450
02/03/2011	1,5000	1,6181

Tabla No. 51 lectura del üE.m de Níquel

FECHA LECTURAS	üE.a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	2,5000	2,3962
25/10/2010	2,5000	2,4124
27/10/2010	2,5000	2,4798
27/10/2010	2,5000	2,4911
29/10/2010	2,5000	2,3624
03/11/2010	2,5000	2,4228
02/03/2011	2,5000	2,3334

Tabla No. 52 lectura del üE.a de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1A,b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0100	0,0066
25/10/2010	0,0100	0,0063
27/10/2010	0,0100	0,0076
27/10/2010	0,0100	0,0133
29/10/2010	0,0100	0,0140
03/11/2010	0,0100	0,0772
02/03/2011	0,0100	0,0046

Tabla No. 53 lectura del üM1A.b de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1A.a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,2000	0,2050
25/10/2010	0,2000	0,2070
27/10/2010	0,2000	0,2075
27/10/2010	0,2000	0,2087
29/10/2010	0,2000	0,2109
03/11/2010	0,2000	2,1109
02/03/2011	0,2000	0,2016

Tabla No. 54 lectura del üM1A.a de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0353
25/10/2010	0,0000	-0,0391
27/10/2010	0,0000	-0,0407
27/10/2010	0,0000	-0,0846
29/10/2010	0,0000	0,0375
03/11/2010	0,0000	-0,0316
02/03/2011	0,0000	-0,0646

Tabla No. 55 lectura del üM1 de Níquel

FECHA LECTURAS	üM2 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	-0,0632
25/10/2010	0,0000	-0,0187
27/10/2010	0,0000	-0,0744
27/10/2010	0,0000	-0,0482
29/10/2010	0,0000	0,0092
03/11/2010	0,0000	-0,0812
02/03/2011	0,0000	-0,0646

Tabla No. 56 lectura del üM2 de Níquel

Segundo Ensayo para el Níquel

La segunda parte de Níquel se realizo ya que en el primer ensayo la concentración de la muestra adicionada 0,01 mg/L no arrojó los resultados que se esperaban, por esta razón se decidió contaminar una muestra de agua con diferentes concentraciones conocidas de Níquel y analizar los resultados

FECHA LECTURAS	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	-0,0474
24/06/2011	0,0000	-0,0474
08/07/2011	0,0000	-0,0474
08/07/2011	0,0000	-0,0474

Tabla No. 57 lectura de blanco de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 1 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,2500	0,1622
24/06/2011	0,2500	0,1622
08/07/2011	0,2500	0,1622
08/07/2011	0,2500	0,1622

Tabla No. 58 lectura estándar 1 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 2 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,5000	0,5284
24/06/2011	0,5000	0,5284
08/07/2011	0,5000	0,5284
08/07/2011	0,5000	0,5284

Tabla No. 59 lectura estándar 2 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 3 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	1,0408
24/06/2011	1,0000	1,0408
08/07/2011	1,0000	1,0408
08/07/2011	1,0000	1,0408

Tabla No. 60 lectura estándar 3 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 4 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,5000	1,6385
24/06/2011	1,5000	1,6385
08/07/2011	1,5000	1,6385
08/07/2011	1,5000	1,6385

Tabla No. 61 lectura estándar 4 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 5 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	2,0000	2,1187
24/06/2011	2,0000	2,1187
08/07/2011	2,0000	2,1187
08/07/2011	2,0000	2,1187

Tabla No. 62 lectura estándar 5 de Níquel

FECHA LECTURAS	Estándar 6 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	2,5000	2,3087
24/06/2011	2,5000	2,3087
08/07/2011	2,5000	2,3087
08/07/2011	2,5000	2,3087

Tabla No. 63 lectura estándar 6 de Níquel

FECHA LECTURAS	üBK (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	-0,0002
24/06/2011	0,0000	0,0000
08/07/2011	0,0000	0,0171
08/07/2011	0,0000	-0,0032

Tabla No. 64 lectura del üBK de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1A,b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0200	0,0194 0,0194
24/06/2011	0,0200	0,0204 0,0204
08/07/2011	0,0200	0,0175 0,0184
08/07/2011	0,0200	0,0187 0,0178

Tabla No. 65 lectura del üM1A.b de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1A,m (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0500	0,0516 0,0462
24/06/2011	0,0500	0,0526 0,0482
08/07/2011	0,0500	0,0515 0,0465
08/07/2011	0,0500	0,0503 0,0490

Tabla No. 66 lectura del üM1A.m de Níquel

FECHA LECTURAS	üM1A,a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0800	0,0973 0,0303
24/06/2011	0,0800	0,0959 0,0816
08/07/2011	0,0800	0,0950 0,0819
08/07/2011	0,0800	0,0945 0,0812

Tabla No. 67 lectura del üM1A.a de Níquel

7.1.3 Metal Plomo

7.1.3.1 Agua potable para el metal Plomo

FECHA LECTURAS	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	0,0096
25/10/2010	0,0000	0,0435
27/10/2010	0,0000	0,0002
27/10/2010	0,0000	0,0440
29/10/2010	0,0000	0,0494
03/11/2010	0,0000	0,0483
02/03/2011	0,0000	0,0327

Tabla No. 68 Lectura del blanco de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 1 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,5000	0,3345
25/10/2010	0,5000	0,0833
27/10/2010	0,5000	0,4404
27/10/2010	0,5000	0,4064
29/10/2010	0,5000	0,4138
03/11/2010	0,5000	0,3937
02/03/2011	0,5000	0,4327

Tabla No. 69 Lectura estándar 1 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 2 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	1,0000	1,0225
25/10/2010	1,0000	0,0217
27/10/2010	1,0000	1,0033
27/10/2010	1,0000	1,0337
29/10/2010	1,0000	1,0385
03/11/2010	1,0000	1,0309
02/03/2011	1,0000	0,9225

Tabla No. 70 Lectura estándar 2 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 3 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	2,0000	2,0355
25/10/2010	2,0000	0,2783
27/10/2010	2,0000	1,9676
27/10/2010	2,0000	2,0419
29/10/2010	2,0000	1,9964
03/11/2010	2,0000	2,0329
02/03/2011	2,0000	2,0491

Tabla No. 71 Lectura estándar 3 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 4 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	3,0000	2,9911
25/10/2010	3,0000	0,4122
27/10/2010	3,0000	2,9412
27/10/2010	3,0000	2,9666
29/10/2010	3,0000	2,9960
03/11/2010	3,0000	3,0204
02/03/2011	3,0000	3,0043

Tabla No. 72 Lectura estándar 4 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 5 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	4,000	4,0040
25/10/2010	4,000	0,5226
27/10/2010	4,000	4,0669
27/10/2010	4,000	4,0074
29/10/2010	4,000	4,0060
03/11/2010	4,000	3,9738
02/03/2011	4,000	****

Tabla No. 73 Lectura estándar 5 de Plomo

FECHA LECTURAS	üBK (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	0,0764
25/10/2010	0,0000	0,0379
27/10/2010	0,0000	0,1175
27/10/2010	0,0000	0,1834
29/10/2010	0,0000	0,1014
03/11/2010	0,0000	0,0872
02/03/2011	0,0000	0,0082

Tabla No. 74 Lectura del üBK de Plomo

FECHA LECTURAS	üE.b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,5000	0,3488
25/10/2010	0,5000	0,0878
27/10/2010	0,5000	0,4081
27/10/2010	0,5000	0,3692
29/10/2010	0,5000	0,4294
03/11/2010	0,5000	0,3548
02/03/2011	0,5000	0,4327

Tabla No. 75 Lectura del üE.b de Plomo

FECHA LECTURAS	üE.m (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	2,0000	1,9925
25/10/2010	2,0000	0,2805
27/10/2010	2,0000	1,9815
27/10/2010	2,0000	2,0094
29/10/2010	2,0000	2,0589
03/11/2010	2,0000	1,9794
02/03/2011	2,0000	1,9471

Tabla No. 76 Lectura del üE.m de Plomo

FECHA LECTURAS	üM1A,b (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,1000	0,1285
25/10/2010	0,1000	0,0195
27/10/2010	0,1000	0,1299
27/10/2010	0,1000	0,1289
29/10/2010	0,1000	0,1434
03/11/2010	0,1000	0,1375
02/03/2011	0,1000	0,1367

Tabla No. 77 Lectura del üM1A.b de Plomo

FECHA LECTURAS	üM1A,a (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,3000	0,2939
25/10/2010	0,3000	0,0386
27/10/2010	0,3000	0,2853
27/10/2010	0,3000	0,2934
29/10/2010	0,3000	0,2944
03/11/2010	0,3000	0,2913
02/03/2011	0,3000	0,2817

Tabla No. 78 Lectura del üM1A.a de Plomo

FECHA LECTURAS	üM1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	0,0573
25/10/2010	0,0000	0,0435
27/10/2010	0,0000	0,1544
27/10/2010	0,0000	0,0719
29/10/2010	0,0000	0,1327
03/11/2010	0,0000	0,0921
02/03/2011	0,0000	0,0245

Tabla No. 79 Lectura del üM1 de Plomo

FECHA LECTURAS	üM2 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
22/10/2010	0,0000	0,0382
25/10/2010	0,0000	0,0441
27/10/2010	0,0000	0,1082
27/10/2010	0,0000	0,0672
29/10/2010	0,0000	0,1118
03/11/2010	0,0000	0,0483
02/03/2011	0,0000	-0,0163

Tabla No. 80 Lectura del üM2 de Plomo

7.1.3.2 Agua residual para el metal Plomo

FECHA LECTURA	BLANCO (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	-0,0166
09/06/2011	0,0000	0,0855
13/06/2011	0,0000	0,0058
13/06/2011	0,0000	0,0230
14/06/2011	0,0000	0,0251
14/06/2011	0,0000	0,0322

Tabla No. 81 Lectura del Blanco de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 1 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,5000	0,4783
09/06/2011	0,5000	0,5039
13/06/2011	0,5000	0,5081
13/06/2011	0,5000	0,5134
14/06/2011	0,50000	0,4724
14/06/2011	0,5000	0,5064

Tabla No. 82 Lectura estándar 1 de Plomo

FECHA LECTURA	Estándar 2 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	1,0145
09/06/2011	1,0000	1,0061
13/06/2011	1,0000	0,9563
13/06/2011	1,0000	0,9542
14/06/2011	1,0000	1,0174
14/06/2011	1,0000	0,9701

Tabla No. 83 Lectura estándar 2 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 3 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	2,0000	2,0181
09/06/2011	2,0000	1,8988
13/06/2011	2,0000	2,0397
13/06/2011	2,0000	1,9646
14/06/2011	2,0000	1,9377
14/06/2011	2,0000	1,9810

Tabla No. 84 Lectura estándar 3 de Plomo

FECHA LECTURA	Estándar 4 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	3,0000	3,0630
09/06/2011	3,0000	2,8287
13/06/2011	3,0000	3,0001
13/06/2011	3,0000	3,0692
14/06/2011	3,0000	3,0687
14/06/2011	3,0000	2,9762

Tabla No. 85 Lectura estándar 4 de Plomo

FECHA LECTURAS	Estándar 5 mg/L	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	4,000	3,9428
09/06/2011	4,000	4,1771
13/06/2011	4,000	3,9900
13/06/2011	4,000	3,9756
14/06/2011	4,000	3,9787
14/06/2011	4,000	4,0340

Tabla No. 86 Lectura estándar 5 de Plomo

FECHA LECTURAS	üBK # 1 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	1,6881
09/06/2011	0,0000	1,4803
13/06/2011	0,0000	1,5423
13/06/2011	0,0000	1,6377
14/06/2011	0,0000	1,5881
14/06/2011	0,0000	1,6006

Tabla No. 87 Lectura üBK # 1 de Plomo

FECHA LECTURAS	üBK # 2 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	1,9081
09/06/2011	0,0000	1,6942
13/06/2011	0,0000	1,8181
13/06/2011	0,0000	1,8061
14/06/2011	0,0000	1,8554
14/06/2011	0,0000	1,8195

Tabla No. 88 Lectura üBK # 2 de Plomo

FECHA LECTURAS	üBK # 3 (mg/L)	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	0,0000	1,9081
09/06/2011	0,0000	1,7500
13/06/2011	0,0000	1,8674
13/06/2011	0,0000	1,9101
14/06/2011	0,0000	1,9891
14/06/2011	0,0000	1,8976

Tabla No. 89 Lectura üBK # 3 de Plomo

FECHA LECTURAS	üE.b (mg/L) # 1	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	1,2344
09/06/2011	1,0000	1,2385
13/06/2011	1,0000	1,1434
13/06/2011	1,0000	1,2019
14/06/2011	1,0000	1,1819
14/06/2011	1,0000	1,1369

Tabla No. 90 Lectura üE.b # 1 de Plomo

FECHA LECTURAS	üE.b (mg/L) # 2	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	1,1657
09/06/2011	1,0000	1,1130
13/06/2011	1,0000	1,0696
13/06/2011	1,0000	1,1721
14/06/2011	1,0000	1,1408
14/06/2011	1,0000	1,1056

Tabla No. 91 Lectura üE.b # 2 de Plomo

FECHA LECTURAS	üM1A,b (mg/L) # 1	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	2,29530
09/06/2011	1,0000	2,7543
13/06/2011	1,0000	2,8326
13/06/2011	1,0000	3,0543
14/06/2011	1,0000	2,8477
14/06/2011	1,0000	2,8981

Tabla No. 92 Lectura del üM1A.b # 1 de Plomo

FECHA LECTURAS	üM1A,b (mg/L) # 2	ACTUAL CONCENTRACION (mg/L)
07/06/2011	1,0000	2,8705
09/06/2011	1,0000	2,6567
13/06/2011	1,0000	2,8228
13/06/2011	1,0000	2,8562
14/06/2011	1,0000	2,8836
14/06/2011	1,0000	2,7886

Tabla No. 93 Lectura üM1A.b # 2 de Plomo

7.2 Análisis estadístico y de resultados

7.2.1 Metal Cadmio

7.2.1.1 Agua potable para el metal Cadmio

	ÜBK (mg/L)	üE.b (0,1 mg/L)	üE.a (0,5 mg/L)	üm1A,b (0,03 mg/L)	ÜM1 (mg/L)	ÜM2 (mg/L)
Ensayo # 1	0,0233	0,0884	0,4991	0,0293	0,0007	-0,0051
	-0,0025	0,0916	0,5037	0,0294	-0,0032	-0,0058
Ensayo # 2	0,0013	0,1014	0,4972	0,0293	0,0033	0,0011
	0,0024	0,1037	0,4943	0,0290	0,0020	0,0008
Ensayo # 3	-0,0006	0,0938	0,0293	0,0293	-0,0044	-0,0006
	-0,0028	0,0973	0,0291	0,0291	-0,0039	-0,0009
Ensayo # 4	0,0017	0,0857	0,4874	0,0298	-0,0020	0,0004
	-0,0011	0,0899	0,4973	0,0293	-0,0029	-0,0009
Ensayo # 5	*****	0,0848	0,4722	0,0279	0,0112	0,0047
	0,0072	0,0881	0,4815	0,0275	0,0070	0,0047
Ensayo # 6	0,0182	0,0980	0,4812	0,0291	0,0089	*****
	0,0077	0,0996	0,4868	0,0291	0,0089	*****
Ensayo # 7	-0,0037	0,1011	0,5325	0,0293	-0,0042	-0,0044
	-0,0035	0,1020	0,5251	0,0291	-0,0042	-0,0042
Media	0,0036	0,0946	0,4981	0,0290	0,0012	-0,0008
Error típico	0,0023	0,0017	0,0044	0,0001	0,0015	0,0010
Desviación estándar	0,0084	0,0065	0,0167	0,0006	0,0057	0,0035
Varianza de la muestra	7,191E-5	4,288E-5	0,0003	3,6401E-7	3,228E-5	1,238E-5
Rango	0,027	0,0189	0,0603	0,0023	0,0156	0,0105
Mínimo	-0,0037	0,0848	0,4722	0,0275	-0,0044	-0,0058
Máximo	0,0233	0,1037	0,5325	0,0298	0,0112	0,0047
Cuenta	13	14	14	14	14	12
Nivel de confianza (95,0%)	0,0051	0,0037	0,0096	0,0003	0,0032	0,0022
Referencia del pep grubbs	2,33	2,37	2,37	2,37	2,37	2,29
pep grubbs Mínimo	0,8681	1,5073	1,5536	2,5453	0,9907	1,4069
pep grubbs Máximo	2,31587	1,3786	2,0506	1,2667	1,7551	1,5775
CV	231,5947	6,9172	3,3581	2,0779	462,4343	413,8982

Tabla No. 94 Análisis estadístico del metal Cadmio para el agua potable.

Algunos datos que no aparecen en la tabla No. 94 se debe a los resultados que arroja el pep grubbs para cada ensayo como se muestra en la tabla anterior, ya que producen valores superiores a los que se requieren.

	Porcentaje de recuperación para $\mu\text{M}1\text{A,b}$ (0,03 mg/L)
Ensayo # 1	97,6667
Ensayo # 2	94,3333
Ensayo # 3	97,3333
Ensayo # 4	98,3333
Ensayo # 5	76,6667
Ensayo # 6	97,0000
Ensayo # 7	97,3333

Tabla No. 95 Porcentaje de recuperación para la muestra del metal Cadmio en agua potable

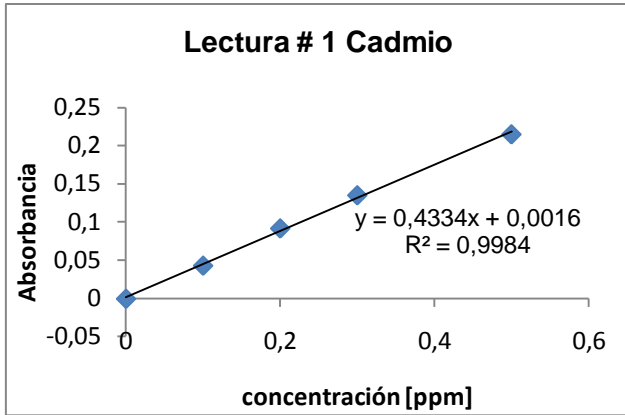
	Error relativo $\bar{u}E.b$ (0,1 mg/L)	Error relativo $\bar{u}E.a$ (0,5 mg/L)
Ensayo # 1	11,6	0,18
	8,4	0,74
Ensayo # 2	1,4	0,56
	3,7	1,14
Ensayo # 3	6,2	94,14
	2,7	94,18
Ensayo # 4	14,3	2,52
	10,1	0,54
Ensayo # 5	15,2	5,56
	11,9	3,7
Ensayo # 6	2	3,76
	0,4	2,64
Ensayo # 7	1,1	6,5
	2	5,02

Tabla No. 96 Error relativo para las muestras de Cadmio en agua potable

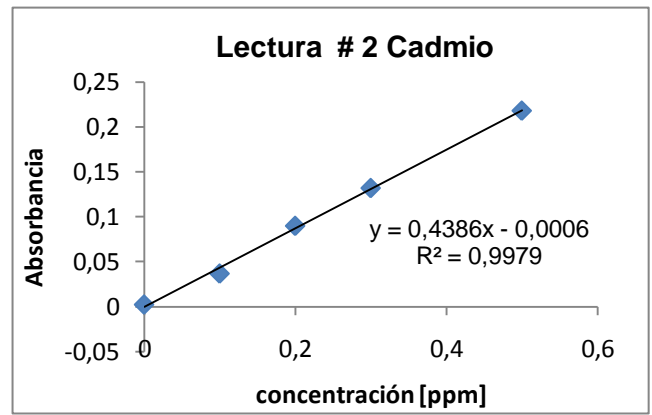
Linealidad (R^2)	0,9988
Límite de detección	0,0196 mg/L
Límite de cuantificación	0,0655 mg/L

Tabla No. 97 Límite de detección para el metal Cadmio en agua potable.

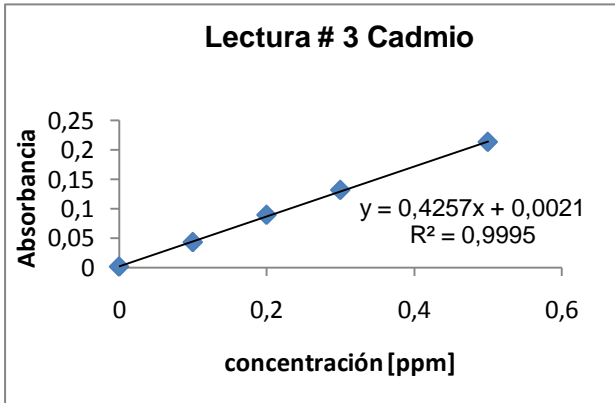
Curvas de calibración para el metal Cadmio en agua potable



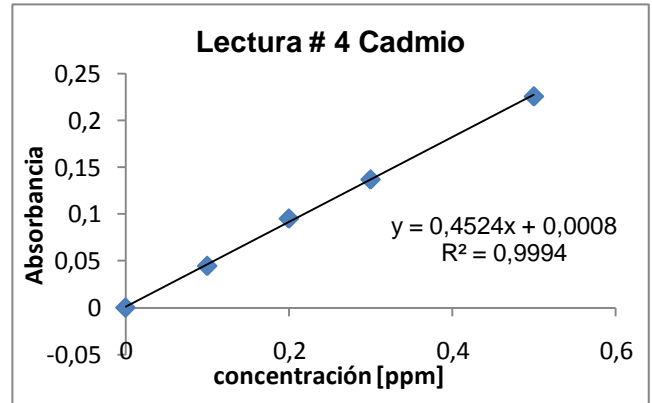
Grafica No. 1 Primera lectura de Cadmio en agua potable



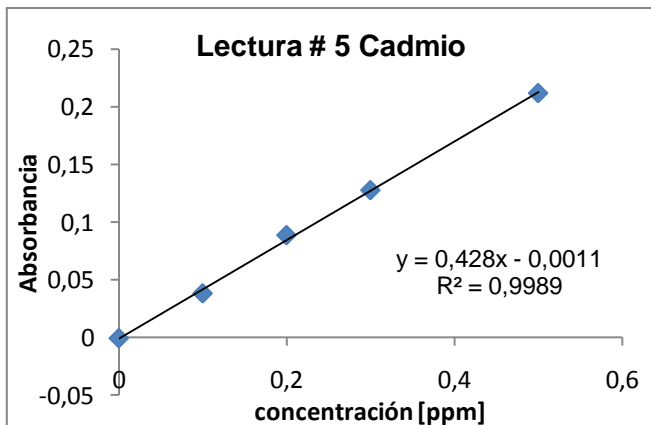
Grafica No. 2 Segunda lectura de Cadmio en agua potable



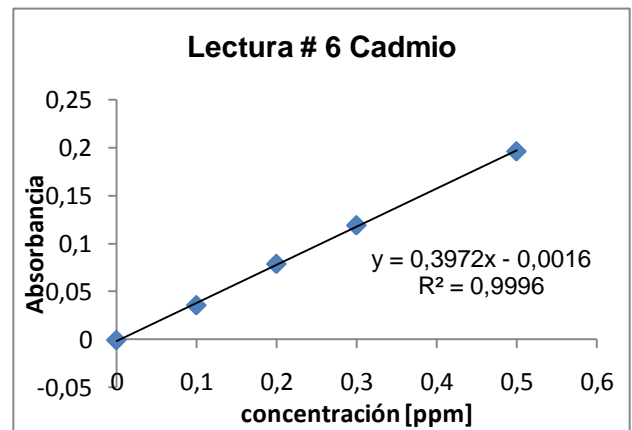
Grafica No. 3 Tercera lectura de Cadmio en agua potable



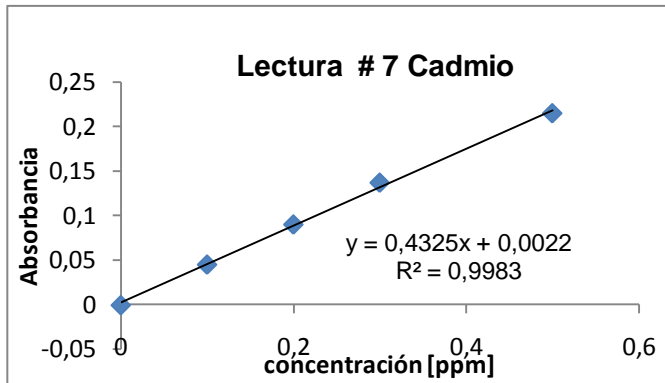
Grafica No. 4 Cuarta lectura de Cadmio en agua potable



Grafica No. 5 Quinta lectura de Cadmio en agua potable



Grafica No. 6 Sexta lectura de Cadmio en agua potable



Grafica No. 7 Séptima lectura de Cadmio en agua potable

De acuerdo a los datos obtenidos para el metal Cadmio en aguas tratadas

Precisión

La desviación estándar que se muestra en la tabla 94 para todas las muestras leídas es muy pequeña lo que significa que los datos que se obtuvieron no son muy variables entre sí, indicando que no hay mayor dispersión en los mismos.

Por otra parte el coeficiente de variación que arroja los estándares de 0,1 mg/L, 0,5 mg/L y la muestra adicionada de 0,03g/L son inferiores al 5 % indicando que el método es reproducible y por consiguiente preciso.

Porcentaje de recuperación

El porcentaje de recuperación para la muestra adicionada de 0,03 mg/L es aceptable para todos los ensayos realizados durante los siete días de análisis ya que se encuentra dentro del rango recomendado que va de 80 % a 120 %.

Con esto se demuestra que el método de absorción atómica de llama es adecuado para la detección de Cadmio en aguas tratadas ya que el nivel de rendimiento obtenido que se obtuvo durante la validación cumple los parámetros estadísticos que el laboratorio de Aguas y Alimentos.

Exactitud

El error relativo representa la exactitud del método, para el caso de los estándares üE.b y üE.a se dice que el método es exacto ya que el error no sobrepasa el 10 %, aunque hay valores que si sobrepasan este valor indicando que la muestra se contamina en ese momento por el mal lavado de los tubos para hacer la lectura

Linealidad

El coeficiente de regresión (R^2) representa la sensibilidad del equipo, el valor ideal es 1 y como se muestra en la tabla 97 el promedio de todos los coeficientes arrojados por las gráficas de calibrado se aproxima a este indicando una buena relación entre la concentración y la señal, es decir se cumple con la ley de Beer

Límite de detección

El límite de detección para el metal Cadmio es de aproximadamente 0,019 mg/L logrando que se lean muestras con bajas concentraciones de dicho metal, leyendo concentraciones tan bajas como la referente en la resolución 2115 de 2007.

El límite de cuantificación es de aproximadamente 0,065 mg/L lo que indica que esta concentración se puede cuantificar confiablemente en el equipo sin que haya riesgo de interferencias de señal/ruido

7.2.1.2 Agua residual para el metal Cadmio

	Blanco (mg/L)	üM1A.b 0,5 mg /L	üM1A.a 1,0 mg/L
Ensayo # 1	0,3066	0,8362	1,2756
	0,3049	0,8251	1,2600
Ensayo # 3	0,2648	0,7710	1,1864
	0,2689	0,7616	1,1806
Ensayo # 4	0,2707	0,7704	1,1788
	0,2684	0,7664	1,1736
Ensayo # 5	0,2893	0,7652	1,2118
	0,2839	0,7852	1,1890
Ensayo # 6	0,2774	0,7515	1,1821
	0,2729	0,7442	1,1669
Media	0,2807	0,7776	1,2004
Error típico	0,0047	0,0095	0,0118
Desviación estándar	0,0151	0,0301	0,0375
Varianza de la muestra	0,0002	0,0009	0,0014
Rango	0,0418	0,092	0,1087
Mínimo	0,2648	0,7442	1,1669
Máximo	0,3066	0,8362	1,2756
Cuenta	10	10	10

Nivel de confianza (95,0%)	0,0108	0,0215	0,0268
Referencia del pep grubbs	2,18	2,18	2,18
pep grubbs máximo	1,7084	1,9416	1,9999
pep grubbs mínimo	1,0573	1,1108	-0,8940
Cv	5,3825	3,8755	3,1287

Tabla No. 98 Análisis estadístico del metal Cadmio en agua residual

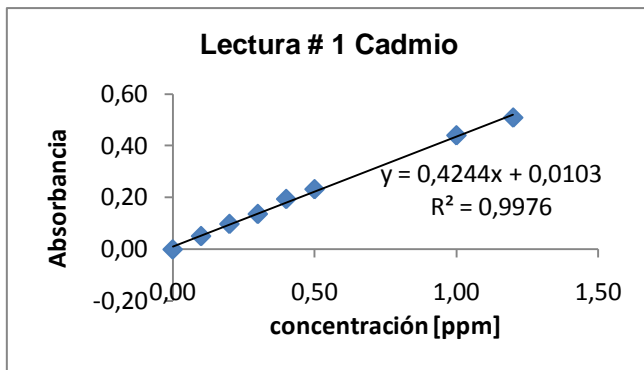
	% Recuperación ÜM1A.b 0,5000 mg/L	% Recuperación üM1A.a 1,0000 mg/L
Ensayo 1	104,98	96,22
Ensayo 2	179,9	42,88
Ensayo 3	99,88	91,66
Ensayo 4	99,74	90,67
Ensayo 5	97,76	91,39
Ensayo 6	94,5	89,93

Tabla No. 99 Porcentaje de recuperación para las muestras del metal Cadmio en agua

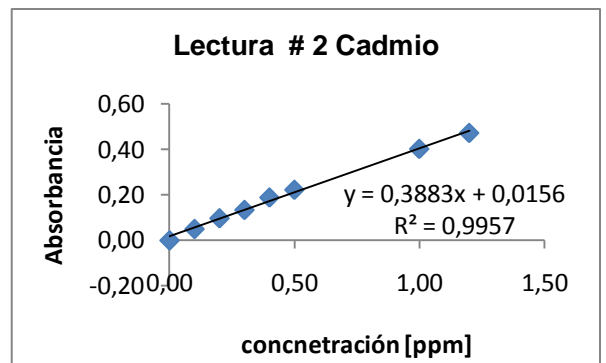
Linealidad (R^2)	0,99645
límite de detección	0,0129 mg/L
límite de cuantificación	0,0431 mg/L

Tabla No. 100 límite de detección para el metal Cadmio en agua residual.

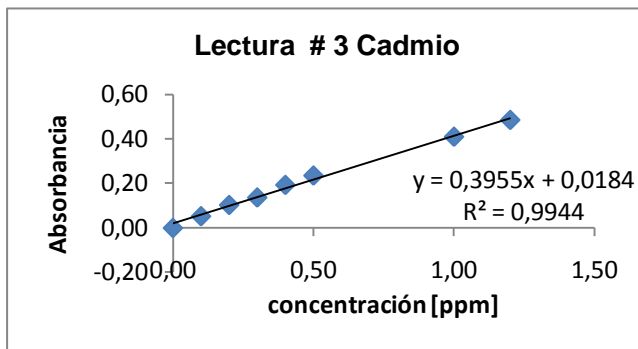
Curvas de calibración para el metal cadmio en aguas residuales



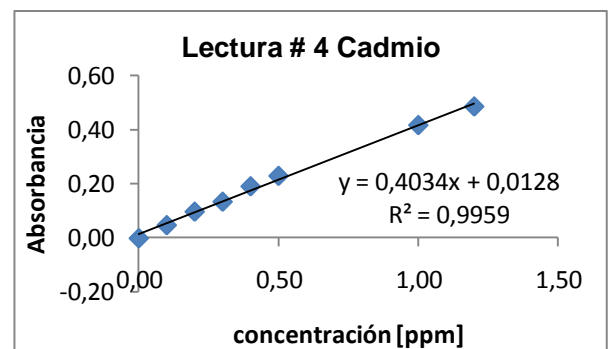
Grafica No. 8 Primera lectura de Cadmio en agua residual



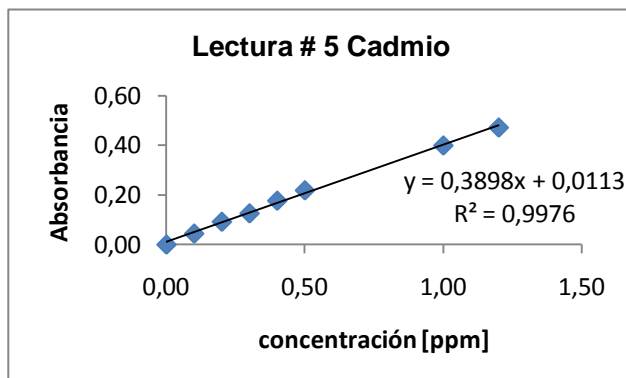
Grafica No. 9 Segunda lectura de Cadmio en agua residual



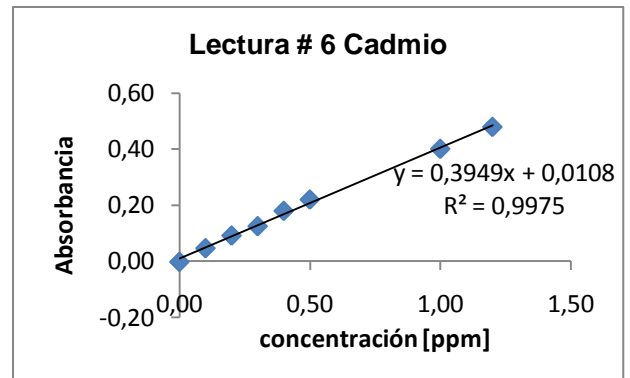
Grafica No. 10 Tercera lectura de Cadmio en agua residual.



Grafica No. 11 Cuarta lectura de Cadmio en agua residual.



Grafica No. 12 Quinta lectura de Cadmio en agua residual



Grafica No. 13 Sexta lectura de Cadmio en agua residual

De acuerdo a los datos obtenidos para el metal Cadmio en agua residual

Precisión

La desviación estándar que se muestra en la tabla 98 para las diferentes muestras de cadmio en agua residual arroja un valor mínimo lo que significa una poca dispersión de los datos concluyendo que el método es preciso

El coeficiente de variación para las muestras contaminadas del metal Cadmio es inferior al 5% indicando poca variabilidad en los datos indicando que el método es reproducible debido a la concordancia de los datos obtenidos

Porcentaje de recuperación

El porcentaje de recuperación para las muestras adicionadas del metal Cadmio mostradas en la tabla 99 se encuentran dentro del rango requerido (80-120%), lo que significa que el equipo tiene una buena respuesta con las concentraciones de este metal y que la técnica de absorción atómica es muy buena para la detección de dicho metal incluso teniendo bajas concentraciones.

Linealidad

El coeficiente de correlación (R^2) obtenido por las curvas de calibración, representa la sensibilidad del equipo respecto al metal analizado, el valor aceptable es de uno y como se muestra en la tabla No 100 este valor se acerca mucho al valor aceptable indicando la buena relación de la concentración del analito con la absorbancia es decir cumple correctamente con la ley de Beer.

Límite de detección

El límite de detección para el metal Cadmio es de aproximadamente 0,01 mg/L, no necesariamente es cuantificable en el equipo, pero es la mínima cantidad que puede detectar el equipo aunque con interferencias de señal/ruido, el límite de cuantificación es de aproximadamente 0,04 mg/L es decir es el valor que puede cuantificar el equipo sin que haya interferencias o algún otro problema.

7.2.2 Metal Níquel

7.2.2.1 Agua potable para el metal Níquel

	ÜBK (mg/L)	üE.m (1,5 mg/L)	üE.a (2,5 mg/L)	üM1A,b (0,01 mg/L)	üM1A,a (0,2 mg/L)	üM1 (mg/L)	üM2 (mg/L)
Ensayo 1	-0,0163	1,5649	2,4185	0,0068	0,2036	-0,0342	-0,0609
	-0,0230	1,5582	2,3727	0,0064	0,2066	-0,0364	-0,0643
Ensayo 2	-0,0549	1,5123	2,4305	0,0067	0,2068	-0,0368	-0,0187
	-0,0515	1,5576	2,3944	0,0059	0,2072	-0,0414	-0,0199
Ensayo 3	-0,0511	1,4744	2,4926	0,0076	0,2074	-0,0407	-0,0721
	-0,0511	1,5524	2,4670	0,0077	0,2077	-0,0418	-0,0767
Ensayo 4	-0,0195	1,4599	2,4889	0,0137	0,2095	-0,0857	-0,0482
	-0,0261	1,5571	2,4933	0,0129	0,2079	-0,0835	-0,0471
Ensayo 5	*****	1,4603	2,3575	0,0142	0,2105	0,0400	0,0100
	*****	1,5403	2,3685	0,0138	0,2114	0,0350	0,0067
Ensayo 6	-0,2045	1,5317	2,4034	*****	*****	-0,0316	-0,0751
	-0,2033	1,5583	2,4433	*****	*****	-0,0316	-0,0872
Ensayo 7	-0,0479	1,6045	2,2751	0,0048	0,2001	-0,0875	-0,0666
	-0,0521	1,6316	2,3917	0,0044	0,2029	-0,0895	-0,0614
Media	-0,0667	1,5402	2,4141	0,0087	0,2068	-0,0404	-0,0486
Error típico	0,0189	0,0133	0,0164	0,0010	0,0009	0,0107	0,0083
Desviación estándar	0,0656	0,0499	0,0615	0,0037	0,0032	0,0401	0,0311
Varianza de la muestra	0,0043	0,0024	0,0037	1,4139E-5	0,0000	0,0016	0,0009
Rango	0,1882	0,1717	0,2182	0,0098	0,0113	0,1295	0,0972
Mínimo	-0,2045	1,4599	2,2751	0,0044	0,2001	-0,0895	-0,0872
Máximo	-0,0163	1,6316	2,4933	0,0142	0,2114	0,04	0,01
Cuenta	12	14	14	12	12	14	14
Nivel de confianza (95,0%)	0,0417	0,0288	0,0355	0,0023	0,0020	0,0231	0,0179
Referencia del pep grubbs	2,29	2,37	2,37	2,29	2,29	2,37	2,37
pep grubbs Mínimo	2,0981	1,6070	2,2573	1,1546	2,0716	1,2239	1,2357
pep grubbs Máximo	0,7689	1,8270	1,2862	1,4516	1,4223	2,0047	1,8824
Cv	98,3036	3,2462	2,5507	43,0145	1,5639	99,2622	64,0357

Tabla No. 101 Análisis estadístico para el metal Níquel en agua potable

Los datos que no aparecen en la tabla No. 101 se deben a que afectan los resultados del pep grubbs para cada ensayo, ya que producen valores superiores a los que se requieren.

	Porcentaje de recuperación üM1A,b (0,01 mg/L)	Porcentaje de recuperación üM1A,a (0,2 mg/L)
Ensayo 1	66	102,5
Ensayo 2	63	103,5
Ensayo 3	76	103,75
Ensayo 5	48	100,85
Ensayo 7	46	100,8

Tabla No. 102 porcentaje de recuperación para las muestras adicionadas del Níquel en agua potable

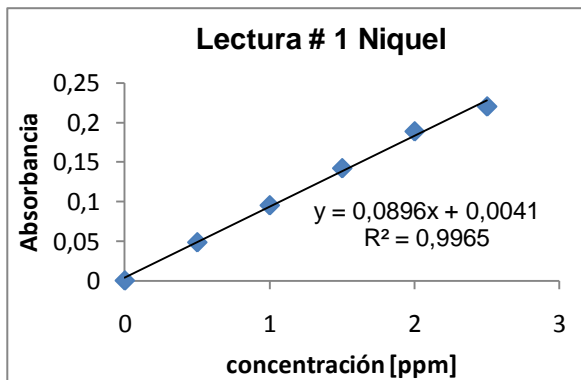
	Error Relativo üE.m (1,5 mg/L)	Error Relativo üE.a (2,5 mg/L)
Ensayo 1	4,32	3,26
	3,88	5,09
Ensayo 2	0,82	2,78
	3,84	4,22
Ensayo 3	1,70	0,29
	3,49	1,32
Ensayo 4	2,67	0,44
	3,80	0,26
Ensayo 5	2,64	5,70
	2,68	5,26
Ensayo 6	2,11	3,86
	3,88	2,26
Ensayo 7	6,96	8,99
	8,77	4,33

Tabla No. 103 Error relativo para las muestras del metal Níquel en agua potable

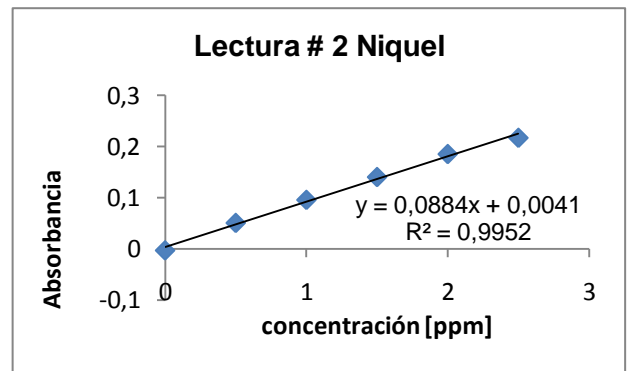
Linealidad (R^2)	0,9941
límite de detección	0,0685 mg/L
límite de cuantificación	0,2283 mg/L

Tabla No. 104 Límite de detección para el metal Níquel en agua potable.

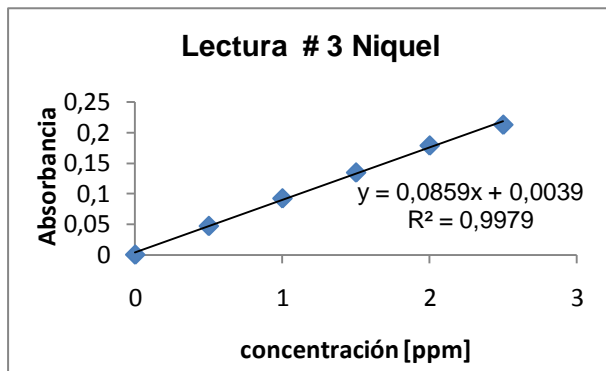
Graficas de calibración para el metal Níquel en agua potable



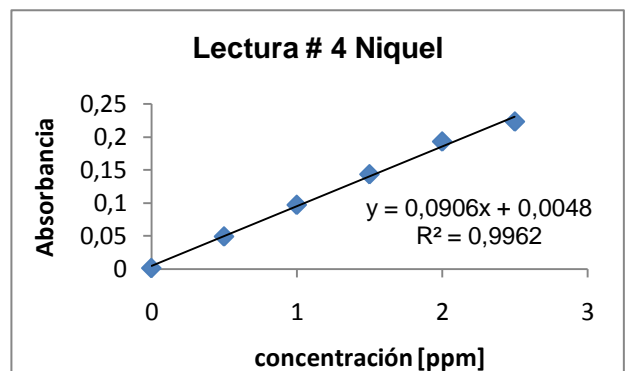
Grafica No. 14 Primera lectura de Níquel en agua potable



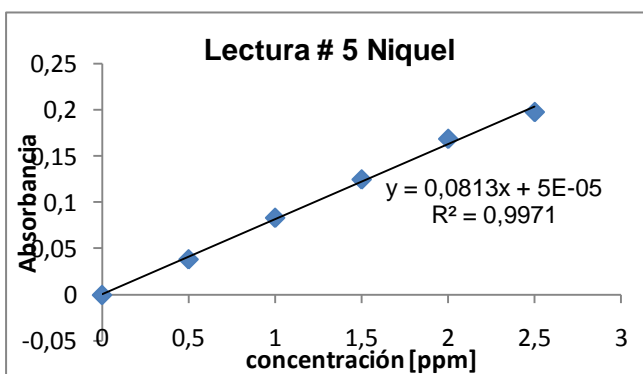
Grafica No. 15 Segunda lectura de Níquel en agua potable



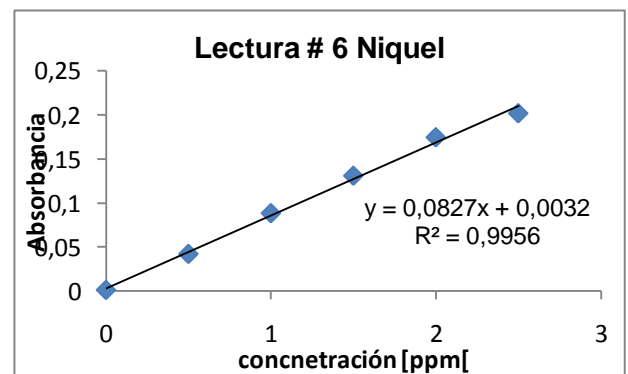
Grafica No. 16 Tercera lectura de Níquel en agua potable



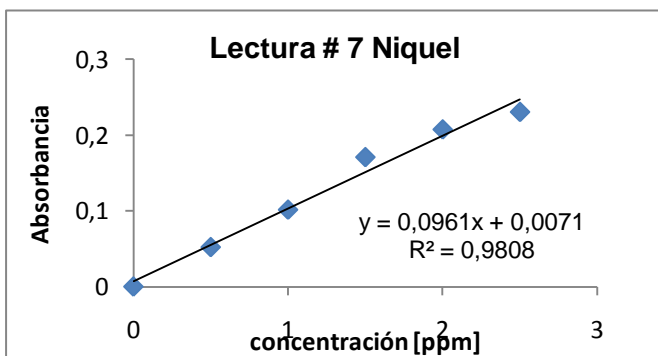
Grafica No. 17 Cuarta lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 18 Quinta lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 19 Sexta lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 20 Séptima lectura
Níquel en agua potable

De acuerdo a los datos obtenidos para el metal Níquel en aguas tratadas

Precisión

La desviación estándar que se arrojan las muestras demuestran que existe poca dispersión de los datos ya que su valor es casi despreciable, es decir existe concordancia entre los datos leídos, por lo tanto se concluye que el método es preciso.

El coeficiente de variación para las muestras adicionadas y los estándares es inferior al 5% excepto para la muestra adicionada de 0,01 mg/L indicando una mínima variabilidad de los datos obtenidos en el laboratorio, es decir el método es repetible y reproducible.

Porcentaje de recuperación

El porcentaje de recuperación de la muestra adicionada de 0,01 mg/L no fue el que se esperaba, ya que la concentración es muy baja para que el equipo la leyera, indicando que la sensibilidad del instrumento es más alta de la concentración leída.

El porcentaje de recuperación para la muestra adicionada de 0,2 mg/L se encuentra entre el rango requerido (80 – 120 %) concluyendo que la concentración que se le realizaron a las muestras fue la correcta, además que la concentración de la muestra fue aceptada por el equipo.

Exactitud

El error relativo para los estándares del metal Níquel indica que el método es exacto debido a que los datos obtenidos no sobrepasan el rango del 10% y por lo tanto hubo un buen manejo de dichas muestras evitándose alguna contaminación.

Linealidad

De acuerdo con la tabla No 104 el coeficiente de correlación se acerca mucho al valor ideal que es 1, indicando que se obtiene casi una línea recta, corroborando la buena sensibilidad del equipo y el cumplimiento de la ley de Beer

Límite de detección

El límite de detección indica la concentración mínima leída por el equipo en el caso del metal Níquel es de aproximadamente 0,07 ppm esta concentración indica la leída por el equipo sin interferencias ni sin ruido.

El límite de cuantificación para el metal Níquel es de aproximadamente 0,22 mg/L, indicando que las muestras con concentraciones superiores se pueden cuantificar con mucha confianza en el equipo.

Segundo ensayo de níquel

	ÜBK	ÜM1A,b (0,02 mg/L)	ÜM1A, m (0,05 mg/L)	ÜM1A,a (0,08 mg/L)
Ensayo 1	-0,0013	0,0192 0,0197	0,0508 0,0524	0,0965 0,0980
	0,0010	0,0193 0,0194	0,0462 0,0460	***** *****
	Ensayo 2	0,0171	0,0199 0,0209	0,0525 0,0526
0,0171		0,0208 0,0199	0,0487 0,0479	0,0814 0,0820
Ensayo 3		0,0183	0,0171 0,0178	0,0513 0,0518
	0,0160	0,0185 0,0183	0,0462 0,0468	0,0819 0,0820
	Ensayo 4	-0,0036	0,0191 0,0185	0,0500 0,0508
-0,0025		0,0197 0,0178	0,0486 0,0495	0,0817 0,0807
Media		0,0077	0,0191	0,0495
Error típico	0,0035	0,0002	0,0005	0,0019
Desviación estándar	0,0101	0,0010	0,0023	0,0072
Varianza de la muestra	0,0001	1,1336E-06	5,634E-06	5,2894E-05

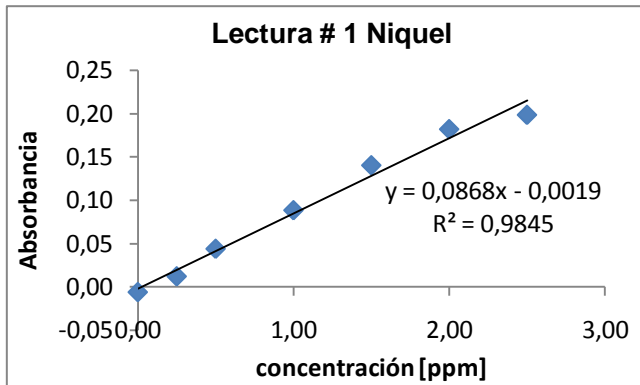
Rango	0,0219	0,0038	0,0066	0,0173
Mínimo	-0,0036	0,0171	0,046	0,0807
Máximo	0,0183	0,0209	0,0526	0,098
Cuenta	8	16	16	14
Nivel de confianza (95,0%)	0,0084	0,0005	0,0012	0,0041
Referencia del pep grubbs	2,03	2,44	2,44	2,37
pep grubbs Mínimo	1,1238	1,8960	1,4771	1,2266
pep grubbs Máximo	1,0422	1,6729	1,3034	1,1520
Cv	130,2482	5,5689	4,7945	8,1150

Tabla No. 105 Análisis Estadístico para el segundo ensayo de Níquel en agua potable.

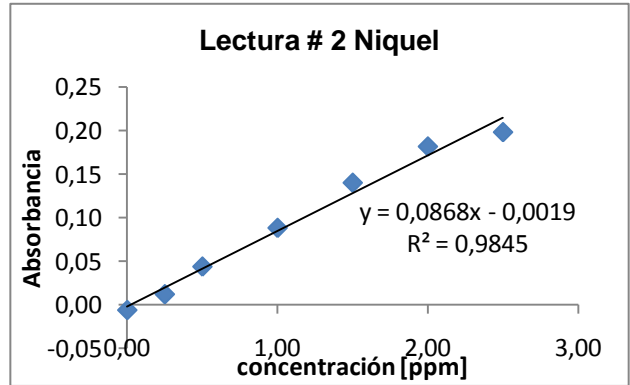
	üM1A.b (0,02mg/L)	üM1A (0,05mg/L)	üM1A.a (0,08mg/L)
Ensayo 1	97 97	103,2 92,4	121,6 119,8
Ensayo 2	102 102	105,2 96,4	102 *****
Ensayo 3	87,5 92	103 93	118,7 102,3
Ensayo 4	93,5 105	100,6 98	118,1 101,5

Tabla No. 106 Porcentaje de recuperación para el segundo ensayo de Níquel en agua potable

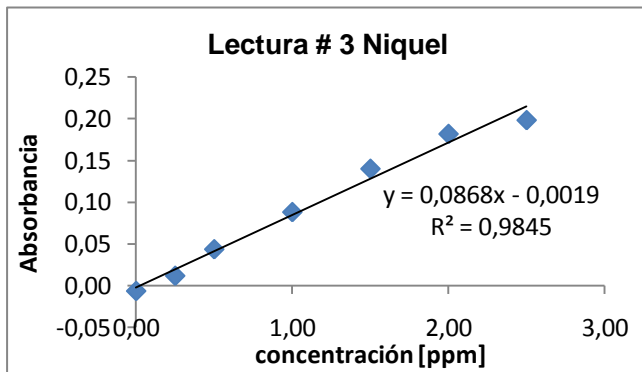
Curvas de calibración para el segundo ensayo de Níquel



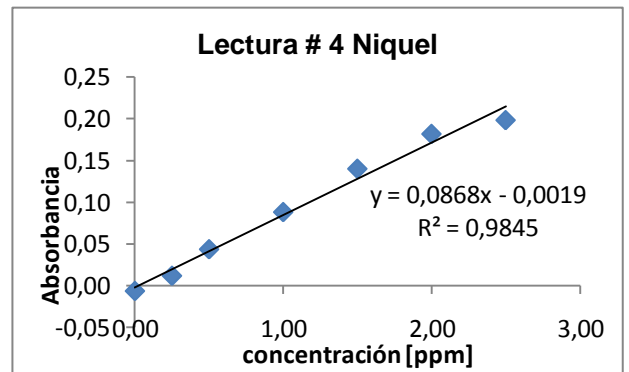
Grafica No. 21 Primera lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 22 Segunda lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 23 Tercera lectura de Níquel en agua potable



Grafica No. 24 Cuarta lectura de Níquel en agua potable

De acuerdo con los datos obtenidos para el segundo ensayo de Níquel

Precisión

La desviación estándar obtenida para cada uno de los ensayos demuestra que los datos casi no varían y por lo tanto el método es preciso.

El coeficiente de variación para las muestras adicionadas se encuentra por debajo del 5 % indicando que el método es reproducible y repetitivo

Para la muestra adicionada de 0,08 % el coeficiente de variación es superior al exigido por el laboratorio indicando que existe una dispersión con los datos pero no afecta el análisis

Porcentaje de recuperación

El porcentaje de recuperación para las muestras adicionadas de Níquel se encuentra dentro del rango requerido indicando una buena respuesta por parte del equipo debido a su límite de detección, demostrando que el método de absorción atómica si es el correcto para la determinación de Níquel en agua tratada aun teniendo bajas concentraciones.

Linealidad

El coeficiente de correlación que se muestra en las gráficas (R^2) arroja un valor de 0,9845 indicando que hay uno de los estándares de Níquel que no tiene buena respuesta en el equipo es decir la lectura es muy baja para la concentración que tiene o que existe una interferencia con dicha muestra, pudiendo ser una contaminación de la misma.

7.2.3 Metal Plomo

7.2.3.1 Agua potable para el metal Plomo

	üM2 (mg/L)	üM1 (mg/L)	üM1A,a (0,3mg/L)	üM1A,b (0,1 mg/L)	üE.m (2,0 mg/L)	üE.b (0,5 mg/L)	ÜBK (mg/L)
Ensayo # 1	0,0430	0,0573	0,2929	0,1285	2,0068	0,3536	0,1051
	0,0334	0,0573	0,2948	0,1285	1,9781	0,3440	0,0430
Ensayo # 2	0,0435	0,0435	*****	*****	*****	*****	0,0379
	0,0447	0,0435	*****	*****	*****	*****	0,0379
Ensayo# 3	0,1082	0,1590	0,2867	0,1294	1,9815	0,4035	*****
	0,1128	0,1451	0,2840	0,1299	1,9815	0,4127	0,0944
Ensayo # 4	0,0858	0,1128	0,2934	0,1294	2,0234	0,3600	
	0,0486	0,0533	0,2934	0,1285	1,9955	0,3739	0,0672
Ensayo # 5	0,1066	0,1379	0,2944	0,1460	2,0641	0,4346	0,1222
	0,1170	0,1222	0,2944	0,1403	2,0537	0,4242	0,0754
Ensayo # 6	0,0532	0,1018	0,2927	0,1354	1,9892	0,3548	0,0969
	0,0434	0,0824	0,2898	0,1396	1,9697	0,3548	0,0775
Ensayo # 7	-0,0163	0,0245	0,2837	0,1392	1,9552	0,4204	0,0082
	-0,0122	0,0204	0,2800	0,1343	1,9389	0,4408	0,0122
Media	0,0579	0,0829	0,2900	0,1340	1,9948	0,3897	0,0648
Error típico	0,0115	0,0124	0,0014	0,0017	0,0107	0,0104	0,0106
Desviación estándar	0,0430	0,0464	0,0051	0,0059	0,0371	0,0362	0,0369
Varianza de la muestra	0,0018	0,0021	2,61088E-5	3,5812E-05	0,0013	0,0013	0,0013

Mínimo	-0,0163	0,0204	0,28	0,1285	1,9389	0,344	0,0082
Máximo	0,117	0,159	0,2948	0,146	2,0641	0,4408	0,1222
Cuenta	14	14	12	12	12	12	12
Nivel de confianza (95,0%)	0,0248	0,0268	0,0032	0,0038	0,0236	0,0230	0,0234
Referencia del pep grubbs	2,37	2,37	2,29	2,29	2,29	2,29	2,29
pep grubbs Mínimo	1,7241	1,3451	1,9603	0,9329	1,5027	1,2634	1,5335
pep grubbs Máximo	1,3699	1,6365	0,9361	1,9913	1,8629	1,4083	1,5538
Cv	74,307	56,052	1,7618	4,4631	1,8647	9,2951	56,960

Tabla No. 107 Análisis estadístico del metal Plomo en agua potable

Algunos resultados que no aparecen en la tabla No. 107 se debe a que afecta el pep grubbs y por consiguiente la dispersión de los datos, obteniendo datos no esperados

	üM1A,b (0,1 mg/L)	üM1A,a (0,3 mg/L)
Ensayo 1	90,3	97,9
Ensayo 3	*****	95,1
Ensayo 4	128,9	97,8
Ensayo 5	143,4	98,1
Ensayo 7	136,7	93,9

Tabla No. 108 Porcentaje de recuperación para el metal Plomo en agua potable

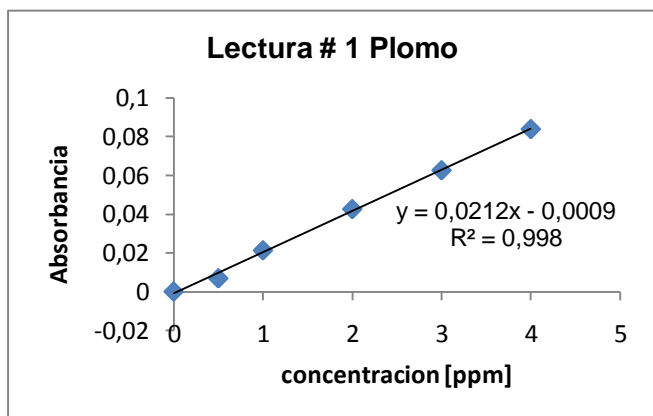
	Error relativo üE.m (2,0000 mg/L)	Error relativo üE.b (0,5000 mg/L)
Ensayo 1	0,34 1,09	29,2 31,2
Ensayo 3	0,92 0,92	19,3 17,4
Ensayo 4	1,17 0,22	28 25,2
Ensayo 5	3,20 2,68	13,0 15,1
Ensayo 6	0,54 1,51	29,0 29,0
Ensayo 7	2,24 3,05	15,9 11,8

Tabla No. 109 Error relativo para muestras de Plomo en agua potable.

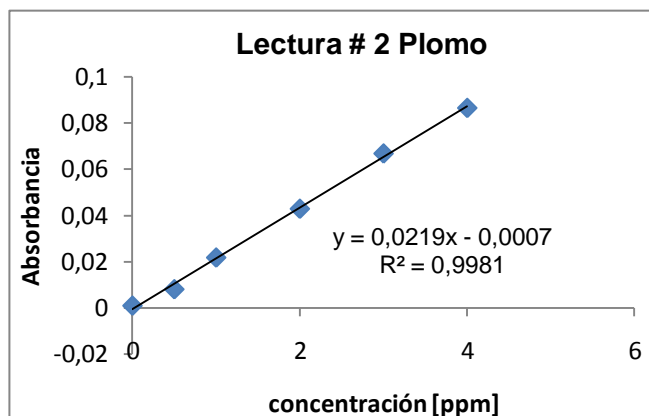
Linealidad (R²)	0,9984
límite de detección	0,1087 mg/L
límite de cuantificación	0,3623 mg/L

Tabla No. 110 límite de detección para el metal plomo en agua potable

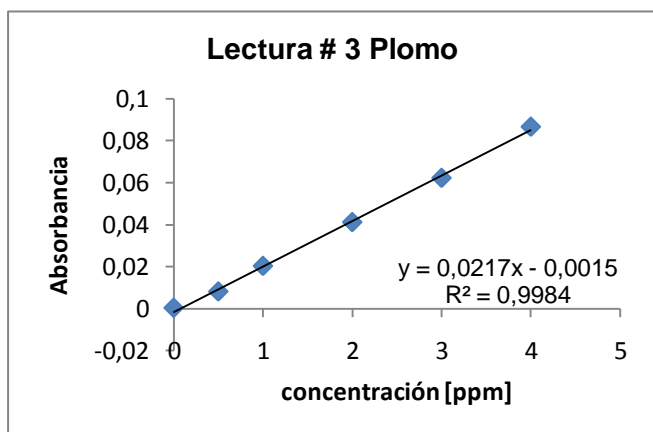
Curvas de calibración para el metal Plomo en agua potable



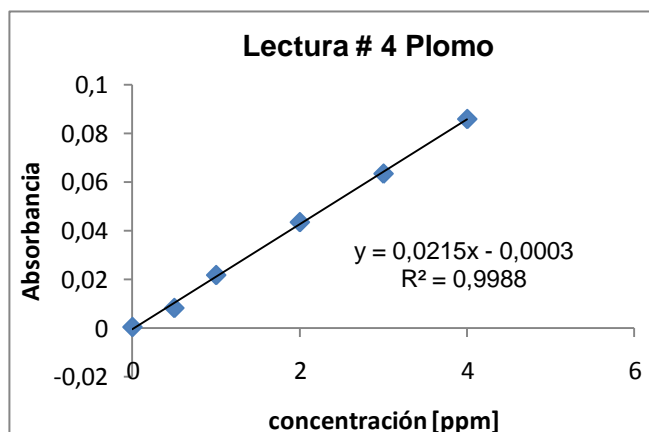
Grafica No. 25 Primera lectura de Plomo en agua potable



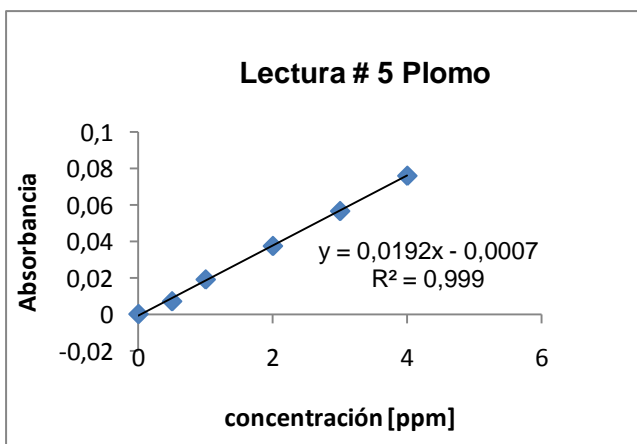
Grafica No. 26 Segunda lectura de Plomo en agua potable



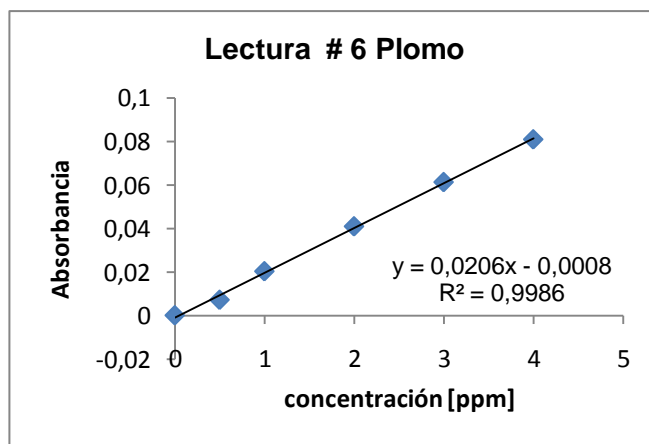
Grafica No. 27 Tercera lectura de Plomo en agua potable



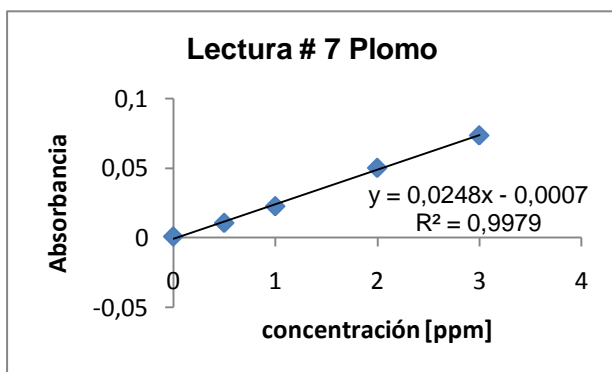
Grafica No. 28 Cuarta lectura de Plomo en agua potable



Grafica No. 29 Quinta lectura de Plomo en agua potable



Grafica No. 30 Sexta lectura de Plomo en agua potable



Grafica No. 31 Séptima lectura de Plomo en agua potable

De acuerdo a los datos obtenidos para el metal Plomo en agua potable

Precisión

La desviación estándar para estos resultados es muy pequeña indicando reproducibilidad y repetitividad en los datos.

El coeficiente de variación para las muestras adicionadas y los estándares del metal plomo se encuentran dentro del rango requerido lo que significa que el método es preciso, aunque para la estándar de 0,5 mg/L el coeficiente es de aproximadamente 9,3 %, esto puede indicar que no hubo un buen manejo de la solución y en un momento determinado se contaminó.

Porcentaje de recuperación

El porcentaje de recuperación para la muestra de 0,3 mg/L de plomo muestra un buen resultado ya que se encuentra dentro del rango requerido, indicando una buena concentración de la muestra y una buena respuesta por parte del equipo.

Para la muestra de 0,1 mg/L de plomo el porcentaje de recuperación está por encima del rango requerido, mostrando que el equipo no dio una buena respuesta para esta muestra pues la concentración es muy baja para este metal.

Exactitud

El error relativo para la muestra de 2,0 mg/L se encuentra dentro del rango requerido indicando que el método es exacto

Para la muestra de 0,5 mg/L el error relativo sobrepasa el rango requerido indicando que la muestra en algún momento del procedimiento se contaminó y por esto no se obtuvo el resultado esperado.

Linealidad

El coeficiente de correlación arrojado por las gráficas de calibración para el metal plomo arrojan un resultado cercano a uno que es el valor ideal indicando una buena relación entre la concentración y la absorbancia de los estándares leídos.

Límite de detección

El límite de detección para el metal plomo es un poco alto, por esta razón la muestra adicionada de 0,1 mg/L no arroja los resultados esperados, y por consiguiente no se puede leer la concentración requerida por la resolución que rige al agua tratada ya que exige un valor máximo de 0,01 mg/L y el límite de detección es de aproximadamente 0,11 mg/L

7.2.3.2 Agua residual para el metal Plomo

	üBK # 1 (mg/L)	üBK # 2 (mg/L)	üBK # 3 (mg/L)	üE.b (1 mg/L) # 1	üE.b (1mg/L) # 2	üM1A.b 1mg/L Pb # 1	üM1A.b 1mg/L Pb # 2
Ensayo # 1	1,6881 1,6744	1,8944 1,9219	1,8944 1,9081	1,2344 1,2344	1,1657 1,1795	2,9530 2,9667	2,8705 2,8842
Ensayo # 2	1,4803 1,4850	1,7082 1,6803	1,7546 1,7500	1,2339 1,2385	1,1270 1,1130	2,7822 2,7311	2,6474 2,6660
Ensayo # 3	1,5374 1,5522	1,8378 1,7984	1,8871 1,8477	1,1483 1,1385	1,0745 1,0646	2,8228 2,8376	2,8376 2,8080
Ensayo # 4	1,6427 1,6377	1,8160 1,7913	1,9052 1,9151	1,1969 1,2019	1,1870 1,1622	3,0642 3,0395	2,8710 2,8413
Ensayo # 5	1,6035 1,5778	1,8451 1,8605	1,9634 2,0096	1,1819 1,1819	1,1459 1,1356	2,8579 2,8374	2,9196 2,8477
Ensayo # 6	1,6006 1,6006	1,7986 1,8403	1,8924 1,9081	1,1421 1,1369	1,1108 1,1004	2,9033 2,8981	2,8043 2,7730
Media	1,5900	1,8160	1,8863	1,1891	1,1305	2,8911	2,8142
Error típico	0,0193	0,0199	0,0214	0,0116	0,0114	0,0289	0,0240
Desviación estándar	0,0671	0,0690	0,0743	0,0404	0,0395	0,1003	0,0833
Varianza de la muestra	0,0045	0,0047	0,0055	0,0016	0,0015	0,0100	0,0069
Rango	0,2078	0,2416	0,2596	0,1016	0,1224	0,3331	0,2722
Mínimo	1,4803	1,6803	1,75	1,1369	1,0646	2,7311	2,6474
Máximo	1,6881	1,9219	2,0096	1,2385	1,187	3,0642	2,9196
Cuenta	12	12	12	12	12	12	12
Nivel de confianza (95,0%)	0,0426	0,0438	0,0472	0,0257	0,0251	0,0637	0,0529
Referencia del pep grubbs	2,29	2,29	2,29	2,29	2,29	2,29	2,29
pep grubbs máximo	1,4603	1,5317	1,6583	1,2190	1,4287	1,7249	1,2642
pep grubbs mínimo	1,6338	1,9649	1,6583	1,2190	1,6673	1,5954	2,0012
Cv	4,2236	3,8045	3,9413	3,4054	3,4969	3,4698	2,9619

Tabla No. 111 Análisis estadístico para el metal Plomo en agua residual

		Porcentaje de recuperación üM1A.b (1.0 mg/L) # 1	Porcentaje de recuperación üM1A.b (1,0 mg/L) # 2
Ensayo # 1	Blanco 1	126,49	118,24
	Blanco 2	104,49	96,24
	Blanco 3	104,49	96,24
Ensayo # 2	Blanco 1	127,40	117,64
	Blanco 2	106,01	96,25
	Blanco 3	100,43	90,67
Ensayo # 3	Blanco 1	129,03	128,05
	Blanco 2	101,45	95,54
	Blanco 3	96,52	95,54
Ensayo # 4	Blanco 1	141,66	121,85
	Blanco 2	124,82	105,01
	Blanco 3	114,42	114,42
Ensayo # 5	Blanco 1	125,96	129,55
	Blanco 2	99,23	99,23
	Blanco 3	85,86	89,45
Ensayo # 6	Blanco 1	129,75	118,80
	Blanco 2	107,86	96,91
	Blanco 3	100,05	89,10

Tabla No 112. Porcentaje de recuperación para el metal Plomo en agua residual

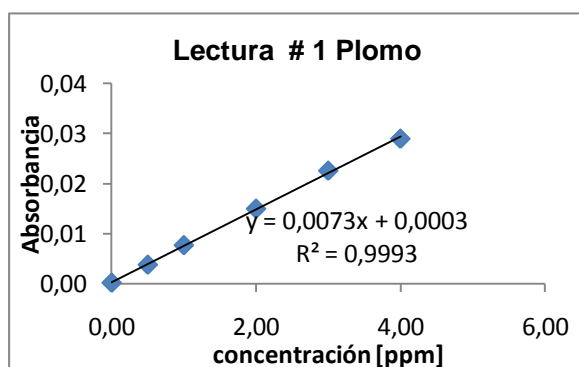
		Error Relativo üE.b (1 mg/L) # 1	Error Relativo üE.b (1 mg/L) # 2
Ensayo # 1		97,04	97,12
		97,03	97,11
Ensayo # 2		97,21	97,35
		97,26	97,33
Ensayo # 3		97,17	97,16
		97,16	97,19
Ensayo # 4		96,93	97,12
		96,96	97,15
Ensayo # 5		97,14	97,08
		97,16	97,15
Ensayo # 6		97,09	97,19
		97,10	97,22

Tabla No. 113 Error relativo para muestras del metal Plomo en agua residual

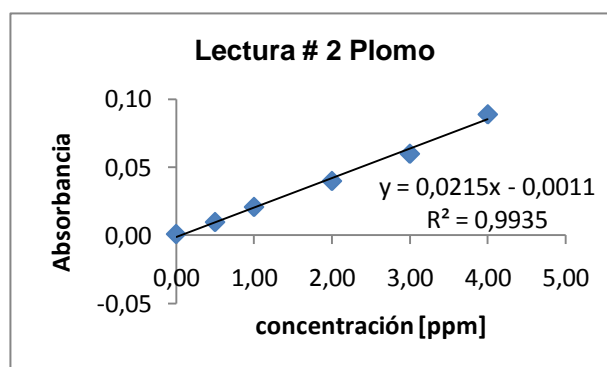
Linealidad (R^2)	0,9984
Límite de detección	0,0525 (mg/L)
Límite de cuantificación	0,1749 (mg/L)

Tabla No 114. Límite de detección para el metal Plomo en agua residual

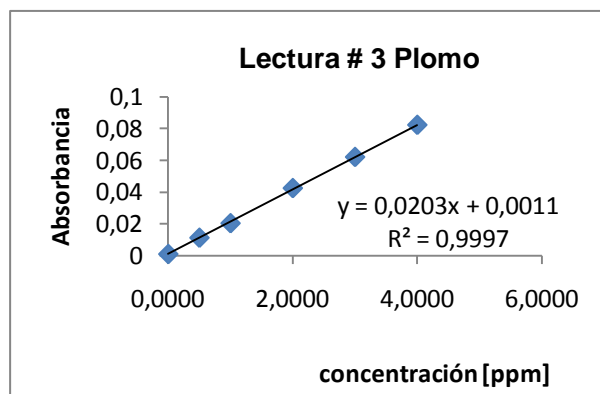
Curvas de calibración del metal Plomo en aguas residuales



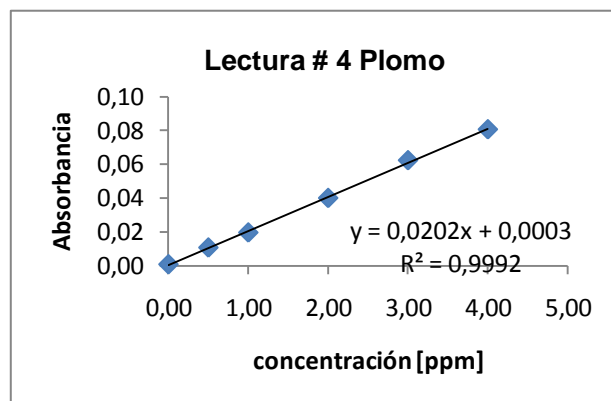
Gráfica No. 32 Primera lectura de Plomo en agua residual



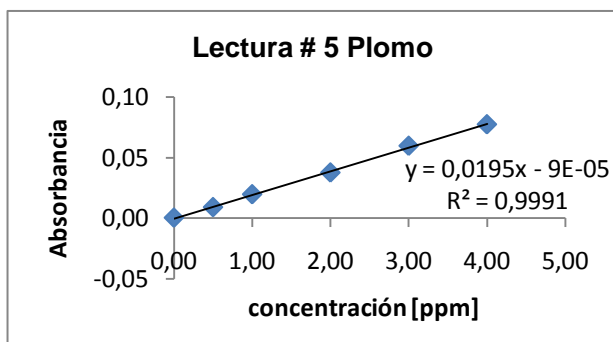
Gráfica No. 33 Segunda lectura de Plomo en agua residual



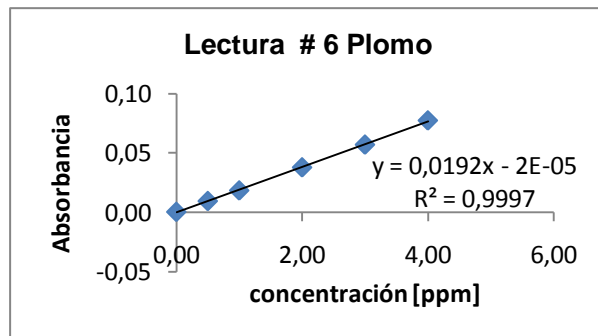
Gráfica No. 34 Tercera lectura de Plomo en agua residual



Gráfica No. 35 Cuarta lectura de Plomo en agua residual



Grafica No. 36 Quinta lectura de Plomo en agua residual



Grafica No. 37 Sexta lectura de Plomo en agua residual

De acuerdo a lo datos obtenidos para el metal plomo en aguas residuales

Precisión

Se define como precisión a la dispersión de los resultados obtenidos para una muestra procesada varias veces por un ensayo, En este estudio se determinó la precisión por medio de la desviación estándar y el coeficiente de variación.

La desviación estándar que arrojan las muestras adicionadas demuestra que el método es reproducible y repetitivo debido a que hay cierta concordancia con los datos ya que los valores son muy pequeños.

El coeficiente de variaciones arrojadas por las muestras adicionadas demuestra que el método es preciso debido a que no sobrepasan el límite acordado (5%), por lo que puede calificarse de buena la precisión que alcanza el método.

Porcentaje de recuperación

Los porcentajes de recuperación de las muestras adicionadas muestran muy buenos resultados indicando buena respuesta del equipo con las concentraciones de dichas muestras y concluyendo que el método de concentración de las muestras fue el indicado, además que la técnica de absorción atómica es la indicada para la detección de dicho metal tanto en aguas tratadas como en aguas residuales.

Exactitud

El error relativo de estas muestras está un poco alto concluyendo que las muestras tienen exceso de los metales analizados ya que es agua residual, pero por otra parte se demuestra que el método es exacto ya que los porcentajes de error cumplen con rango.

Linealidad

El análisis de la linealidad por su parte, mostró que las curvas de calibración son capaces de producir valores para r en el rango establecido como criterio de aceptación. La linealidad es la capacidad de un ensayo para ofrecer resultados directamente proporcionales a la concentración de un analito en la muestra. La determinación de este parámetro identifica el alcance del ensayo, es decir, da una medida de la concentración más alta y más baja que puede ser determinada con aceptable precisión y exactitud

Límite de detección

El límite de detección es la mínima cantidad (diferente de cero) de un analito detectable por un método, pero que no necesariamente puede ser cuantificada como concentración o cantidad. De acuerdo con este concepto, el resultado obtenido es adecuado, pues para los metales analizados son un poco altos pero revela resultados satisfactorios ya que se está analizando agua residual.

8. CONCLUSIONES

- Se definió que la mejor técnica para la concentración de las muestras es la digestión con ácidos concentrados debido a los resultados del análisis preliminar elaborado en el Laboratorio de Análisis aguas y alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.
- Según los ensayos realizados en el Laboratorio de Análisis de agua y alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira, se concluyó que los datos estadísticos obtenidos según la estadística descriptiva aplicada en el método confirmo que los datos son confiables ya que no sobrepasan los límites permitidos por el Laboratorio de Análisis de Agua y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira
- Se determinaron variables como límite de detección, límite de cuantificación, desviación estándar, linealidad y reproducibilidad arrojando resultados aceptables lo cual concluye que la técnica de Espectroscopia de Absorción Atómica puede ser aplicada en el Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.
- Se desarrollo un procedimiento de validación que consistió en un análisis preliminar de muestras (estándares o patrones – muestras adicionadas), ensayos o lecturas de las mismas y posteriormente un análisis estadístico de los datos que posteriormente es aplicado en el Laboratorio de Análisis de Aguas y Alimentos de la Universidad Tecnológica de Pereira.
- Atendiendo a los resultados de cada uno de los procedimientos incluidos en el protocolo de validación utilizado, quedó demostrado que el método de espectroscopia de absorción atómica es confiable para la aplicación propuesta en el laboratorio de aguas y alimentos de la universidad tecnológica de Pereira
- Gracias a los resultados de los porcentajes de recuperación de las muestras adicionadas, el método analítico de espectroscopia de absorción atómica es una muy buena técnica para la determinación de Cadmio, Níquel y Plomo en aguas tratadas y residuales, aun teniendo bajas concentraciones de los mismos.

- Los datos obtenidos gracias a la técnica de absorción atómica para la determinación de metales pesados en aguas tratadas y residuales muestran una adecuada reproducibilidad y repetibilidad, debido a los resultados de la desviación estándar y coeficiente de variación
- De acuerdo con el coeficiente de correlación obtenido por las curvas de calibración (patrones), se concluyó que el método cumple con la ley de Beer y por consiguiente el equipo de absorción atómica tiene una muy buena sensibilidad para la determinación de estos metales.
- De acuerdo con los límites de detección y cuantificación arrojados por el análisis se dice que los metales analizados se pueden cuantificar bien debido a que la técnica permite leer bajas concentraciones, las cuales cumplen con los rangos requeridos por la resolución que rige el agua tratada, evitando así falsos resultados

9. RECOMENDACIONES

Se debe lavar muy bien el material de trabajo, para evitar alguna contaminación externa, ya que estas interfieren al momento de la lectura para esto es necesario lavar todo el material tanto de vidrio como de plástico con ácido nítrico 1:1 y con mucha agua destilada

Se debe tener mucho cuidado cuando se realizan las digestiones de las muestras ya que se pueden presentar salpicaduras, afectando la concentración de la misma y posteriormente su análisis al realizar la lectura de dicha muestra.

Se debe seguir con el protocolo de validación para una técnica analítica para evitar posibles errores que influyan en el análisis de la misma

Al instante de realizar las lecturas de las muestras tratar en lo posible de realizarlas bajo las mismas condiciones de trabajo para disminuir errores

10. BIBLIOGRAFÍA

- [1] Decreto 1575 de 2007 resolución 2115, artículo 5. Características químicas de sustancias que tiene reconocido efecto adverso en la salud humana. Vista en la página
- http://www.unimeta.edu.co/fileadmin/user_upload/documentos/Consultorio_Ambiental/Normatividad/RESOLUCION_2115_AGUA_POTABLE.pdf
- [2] Manual del AGUA POTABLE. Frank R. Spellman. Joanne Drinan. Traducido por Ana Berga Celma Dra. En Ciencias Geológicas. Editorial ACRIBIA, S.A. ZARAGOSA (Españ). Capítulo 10. Seguimiento del agua potable Pag. 177, 178, 179, 180. Capítulo 11. Tratamiento del agua. Pag. 218, 219, 221, 224, 225, 226, 229, 238, 239, 240, 241, 242
- [3] Características del agua potable. Unidad temática N° 3. Docente Ingeniero Jorge A. Orellana Ingeniería sanitaria UTN – FRRO. Versión 2005. Documento en pdf..
- [4] Normas oficiales para la calidad del agua en Colombia. Norma Técnica Colombiana. Características físicas del agua
- http://www.imta.gob.mx/cotennser/images/docs/NOI/Normas_oficiales_para_la_calidad_del_agua_colombia.pdf
- [5] Origen de la contaminación de las aguas
- <http://www.tecnun.es/asignaturas/Ecologia/Hipertexto/11CAgu/120ProcC.htm>
- [6] German Roberto Mahecha Clavijo. Agua. Universidad Santo Tomás Vicerrectoría de universidad abierta y a distancia. Facultad de Educación y Humanidades. Licenciatura en Educación Ambiental y Desarrollo Comunitario. Primera Edición 1998. Capítulo 6. Explotación y Problemática del recurso agua. Contaminación por Químicos. Pág. 79
- [7] Tratamiento de Aguas Residuales. Teoría y principios de diseño. Jairo Alberto Romero Rojas. Editorial Escuela Colombiana de Ingeniería. Capítulo 1. Caracterización de Aguas Residuales. Pág. 17, 19, 134, 149, 150, 153
- [8] Unicam – Atomic Absorption Spectrometry. Methods Manual. 1994 Unicam Limited. Section II Theory of Atomic Absorption Spectrometry 2.1, 2.2, 2.3,

2.4, 2.5, 2.6, 2.7; section III The basic Atomic Absorption System 3.1, 3.2, 3.3, 3.6, 3.7, 3.8; section XIV Flame AAS 14.1, 14.2, 14.3

[9] Principios de Análisis Instrumental. Douglas A. Skoog; F. James Holler; Stanley R.Crouch; Sexta Edición. Cengage Learning, pág. 230, 231, 232, 233, 234, 235, 236, 237, 238

[10] Universidad autónoma de Madrid. Validación de un método instrumental
http://www.uam.es/personal_pdi/ciencias/lhh345a/Validacion.pdf.

[11] Ministerio de salud. Guía de validación de métodos analíticos
<http://www.ministeriodesalud.go.cr/empresas/protocolos/guiavalidacionmetodosanaliticos.pdf>.

[12] Guía de validación de métodos analíticos. Definiciones de conceptos de validación

[13] Protocolo - Estandarización de métodos analíticos. Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales. Programa de Físicoquímica Ambiental. Gustavo Alfonso Coy Químico. Noviembre de 1999.