

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA

FACULTAD DE INGENIERÍA QUÍMICA Y TEXTIL



**“ANÁLISIS DE METALES EN FILTROS DE AIRE PARA
MONITOREO AMBIENTAL”**

INFORME DE COMPETENCIA PROFESIONAL

PARA OPTAR EL TÍTULO PROFESIONAL DE:

INGENIERO QUÍMICO

POR LA MODALIDAD DE EXPERIENCIA PROFESIONAL

PRESENTADO POR:

LUIS HUMBERTO BALLENA SALVADOR

LIMA – PERÚ

2012

RESUMEN

La mayoría de laboratorios de servicios de análisis para medio ambiente, realizan implementación y/o validación de métodos analíticos normalizados y no normalizados para matrices de aguas, suelos y aire. Al no existir métodos normalizados se hace la validación de un método nuevo, se realizan pruebas a nivel de laboratorio de límites de detección e incertidumbre de los analitos; y finalmente se hace una incertidumbre con parámetros de calidad interlaboratorios.

Para el estudio de calidad de aire la normativa peruana exige como parámetros medioambientales principalmente el arsénico, plomo, sulfuro (o anhídrido sulfuroso) y partículas en suspensión, esto se basa principalmente en el estudio de filtros PM10 usados para el monitoreo ambiental, las exigencias de estudios de metales en suspensión producto del proceso de la minería principalmente, exigen la medición de metales no incluidos en la normativa, pero importantes para la protección de la población, en ese sentido es necesario cubrir la mayoría de metales pesados, éstos análisis se realiza mediante técnicas convencionales y modernas; una de las técnicas mas convencionales para el análisis de metales es la Espectrometría de Absorción Atómica, y para incrementar la sensibilidad se agrega a la técnica la Generación de Hidruros y el Horno de Grafito; así como la Espectroscopía Óptica Acoplada de Plasma Inducido (ICP OES), Espectroscopía de Masas Acoplada de plasma inducido (ICP MS) y Espectroscopía de Inyección de Flujo de Mercurio (FIMS).

Los resultados obtenidos en la Espectrometría de Absorción Atómica, en el Generador de Hidruros y en el FIMS confirman la selectividad de las técnicas, presentan resultados mas exactos y un gran soporte analítico con respecto a la variabilidad de matrices; por otro lado los ICP OES e ICP MS permiten una mayor precisión, robustez y velocidad en la obtención de resultados además de poseer un amplio rango dinámico además de analizar elementos no metálicos como azufre y fosforo.

Los resultados obtenidos del ICP OES e ICP MS en conjunto permite evaluar elementos como: Calcio, Magnesio, Sodio, Potasio, Hierro, Zinc, Manganeso, Litio, Molibdeno, Uranio, Titanio, Cadmio, Boro, Bario, Aluminio, Estaño, Plomo, Níquel, Cobalto, Fosforo y Cobre. Los obtenidos por VGA (sistema de flujos acoplado a la Absorción Atómica) que en conjunto a la Absorción Atómica se analiza la Generación de Hidruros en el arsénico y por FIMS el análisis de mercurio. Permitiendo obtener en conclusión límites de detección, repetibilidad y reproducibilidad de resultados útiles para la toma de decisiones a nivel Medio Ambiental.

AGRADECIMIENTO

A Dios por la vida y por la familia que me regala; a la vez que permitió a personas como Lic. Alexander Quintana, Lic. Soraya Guzmán, Lic. Miguel Marcelo e Ing. Enrique Neira fuesen partícipes en la realización de éste informe.

ÍNDICE

RESUMEN.....	2
AGRADECIMIENTO.....	2
1. INTRODUCCIÓN.....	6
2. ÓRGANO EMPRESARIAL.....	8
2.1 ORGANIGRAMA ALS ENVIROMENTAL.....	9
3. RELACIÓN PROFESIONAL EMPLEADOR.....	12
4. TRABAJO PROFESIONAL DESARROLLADO.....	13
5. TECNICAS E INSTRUMENTOS ANALITICOS.....	14
5.1 TECNICA DE PESAJE DE FILTROS.....	14
5.2 ANÁLISIS DE ANHIDRIDO SULFUROSO.....	14
5.3 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.....	15
5.3.1 Técnica de Mercurio por Vapor Frío.....	19
5.3.2 Generación de Hidruros.....	20
5.3.3 Atomización con Horno de Grafito para Absorción Atómica.....	22
5.4 ANALIZADOR DE MERCURIO (FIMS).....	25
5.5 ESPECTROSCOPIA OPTICA ACOPLADA DE PLASMA INDUCIDO.....	26
5.6 ESPECTROSCOPIA DE MASAS ACOPLADA DE PLASMA INDUCIDO.....	27
6. MONITOREO DE AIRE MEDIOAMBIENTAL.....	36
6.1 TECNICA DE MUESTREO.....	37
7. GUIA PARA LA VALIDACIÓN DE UN METODO ANALÍTICO.....	43
8. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	48
8.1 OBJETIVOS.....	48
8.2 MATERIALES Y EQUIPOS.....	48
8.3 PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	50

9. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
10. CONCLUSIONES.....	91
11. RECOMENDACIONES	94
12. REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS	95
ANEXO A: Datos Experimentales.....	96
ANEXO B: Procedimientos de Análisis en el Laboratorio	101
ANEXO C: Especificaciones Complementarias.....	105
Anexo C1: Especificaciones de Filtros de Monitoreo.....	105
Anexo C2: Espina de Pescado de Incertidumbre del ICP OES.....	106

1. INTRODUCCIÓN

En la actualidad existen diversas formas de cuantificar los contaminantes de mayor preocupación para el medio ambiente, la ley regula según la Resolución Ministerial N° 315–96–EM/VMM (Cuadro 1) límites máximos permisibles a las partículas en suspensión, anhídrido sulfuroso, plomo y arsénico. Muchos elementos no estipulados en la Resolución son considerados de especial importancia también por las actividades minero-metalúrgicas como son: Mercurio, Hierro, Zinc, Antimonio, Plata, Cobre, Cobalto, Cromo, Aluminio, Berilio, Nickel, Manganeso, Molibdeno y Cadmio; además en menos grado de importancia los metales alcalinos Litio, Potasio, Sodio, Calcio y Magnesio. La mayoría de técnicas para el análisis de estos elementos van en el siguiente orden según lo requerido por la Resolución Ministerial; Para el análisis de los sólidos en suspensión se realiza un proceso de pesaje.

Luego del proceso de pesaje se analiza el filtro de monitoreo realizando la digestión con la solución extractora recuperándose un 80% aproximadamente del digestado, de aquí se distribuye para el análisis de Arsénico por Generación de Hidruros y Mercurio por inyección de flujo, pero además una gran alternativa es el análisis por ICP OES e ICP MS que son técnicas más modernas que ofrecen mayores ventajas respecto a los resultados y amplitud de elementos.

A nivel de laboratorio se puede realizar una evaluación preliminar de resultados, aprovechando que los programas de los equipos permiten obtener una serie de parámetros como las absorbancias, picos en longitud de onda, el porcentaje de desviación estándar relativa (%RSD), corrección de blancos fortificados, sensibilidad del equipo, así como el análisis de interferentes espectrales, químicos, de matriz (con un estándar interno), etc.

La labor más importante del análisis de resultados se basa principalmente en la repetitividad de los resultados, en la precisión del método, en la selectividad y robustez del método.

La evaluación preliminar de resultados es el cuerpo de la incertidumbre del método, pues se evalúa la respuesta del equipo, el límite de detección del equipo, límite de detección del método, repetitividad de lecturas e interferentes sobretodo químicos para el caso del análisis de los filtros, pues tiene una matriz diferente a la digestión de aguas que se pueden tomar en cuenta como referentes para el análisis de las muestras de filtros, pues la mayoría de métodos se extiende el alcance para ser usados en ésta matriz.

Cuadro 1. Niveles Máximos permisibles de elementos y compuestos presentes y emisiones gaseosas provenientes de las unidades minero-metalúrgicas (¹)

Parámetro	Concentración Promedio Diario ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Concentración Promedio Anual ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
Anhídrido Sulfuroso	572 (0,2) *	172 (0,05)
Partículas en suspensión	350	
Plomo		0.5
Arsénico	6	

(*) No debe ser excedido más de una vez al año.

(1) Resolución Ministerial 315-96-EM-VMM

Además deberá considerarse.

- Concentración Mensual de Plomo = $1,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$
- Concentración de Arsénico en 30 minutos = $30 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (no debe ser excedido mas de una vez al año)

2. ORGANO EMPRESARIAL**RAZON SOCIAL:** ALS PERU S.A.**DIVISION:** ALS Enviromental**DIRECCION LEGAL:** Calle 1 Lt-1A Mz D Esq. Con Calle A, Urb. Industrial Bocanegra Callao1, Lima**RUC:** 20220964869**TELEFONO:** +511 336 5353**FAX:** +511 336 7343

Australian Laboratory Society de iniciales ALS laboratory Group es una de las compañías de servicios analíticos con mayor cobertura a nivel mundial, operando actualmente 90 instalaciones en 32 países. Esta sociedad de Laboratorios tuvo sus inicios en Australia por los años 60's, con la importante inversión de la compañía Campbell Brothers con una importante participación en las bolsas de valores de Europa y Estados Unidos; por los años 90's continuó con el importante rubro de servicios analíticos para la industria, ampliando cada año la diversidad de análisis y servicios prestados a nivel mundial.

Los sectores principales con los que se trabaja a nivel mundial son: minerales, hidrocarburos, alimentos y medio ambiente.

Lo importante de la diversidad de los análisis y poseer la mejor tecnología permite que ALS PERU pueda ofrecer soluciones viables a los clientes. Por ejemplo en Canadá en la ciudad de Vancouver está ubicada una de las sedes mas importantes de ALS Laboratory Group, en ella se realiza el análisis de Carbón; concentrados de cobre, oro y plata. Además de diversos análisis como nitrógeno total, TPH, Pesticidas y carbón orgánico total que es muy solicitado en Perú para los ensayos medioambientales que

por medio de una subcontratación interna se analiza las muestras requeridas ofreciendo a los clientes la mejor solución entregada en el tiempo óptimo.

Otro factor importante de trabajar en una empresa transnacional, es que permite la continuidad de trabajo en el país que se encuentre, es decir si ALS Laboratory Group ofrece un buen servicio en Canadá a la “Minera AA” y a la vez ésta minera desea abrir sus operaciones en Perú, la buena relación así como el servicio ofrecido en Canadá permite tener un buen contacto inicial del ALS en Perú, la misma relación ocurre con los proveedores importantes de laboratorio.

En el Perú a través de su División Ambiental suministra datos analíticos confiables que ayuda a las compañías consultoras, de ingeniería e industrias en general, a tomar decisiones técnicamente bien sustentadas en sus proyectos medioambientales.

ALS PERU dispone de dos áreas de servicios importantes en el mercado de Laboratorio de Servicios Analíticos una es el Área de Minerales o llamada también ALS CHEMEX donde se desarrolla diversos análisis que constan desde la preparación de las muestras de minerales hasta el desarrollo de análisis de concentrados, análisis de metales preciosos y toda la demanda del sector minero principalmente. Siendo la otra área ALS ENVIROMENTAL donde posee un laboratorio principal localizado en la ciudad de Lima y provee servicios completos para diferentes sectores industriales, los cuales superan las exigencias de la legislación ambiental local. Incluye además servicios de muestreo con equipos propios y se especializa en la determinación de metales trazas mediante la técnica de ICPOES e ICPMS.

2.1 ORGANIGRAMA ALS PERU

ALS PERU cuenta de cinco locales:

A-1 Geoquímica 1-Area Minerales

A-2 División Ambiental

A-3 Ensayo al Fuego-Área de Preparación

A-4 Geoquímica 2- Área de Minerales

A-5 Área de Almacén

El área de Minerales es la que posee mas servicios y mas campo de acción, con las muestras y el servicio logístico, el área de Medio Ambiente posee principalmente una área autónoma con respecto a la logística y organización. (Figura 1).

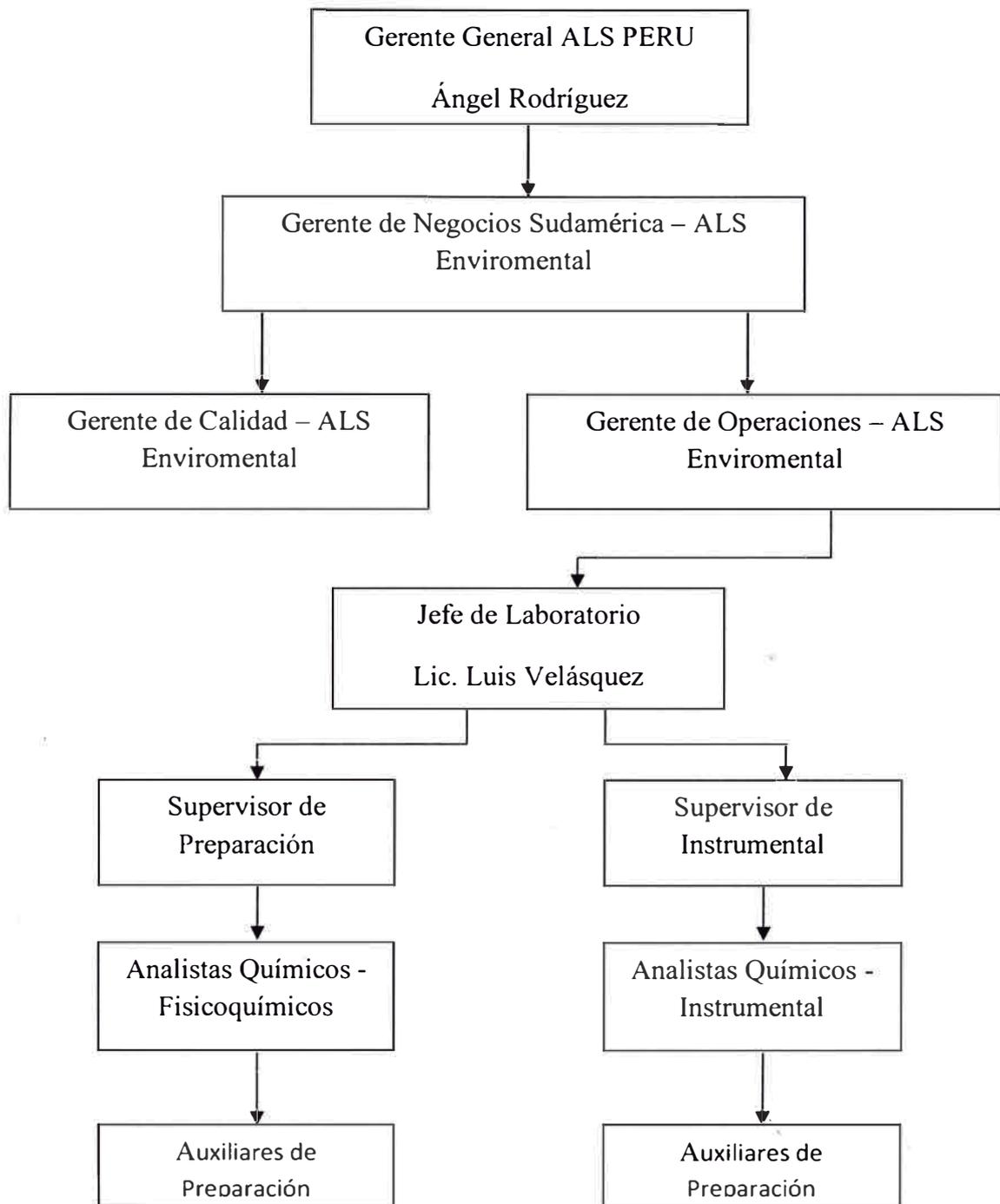


Figura 1. Organigrama de ALS Perú División Ambiental.

3. RELACION PROFESIONAL EMPLEADOR

Actualmente desempeño el cargo de Responsable de Instrumentación en la empresa AGQ PERU SAC desde Setiembre del 2011, en el área instrumental se utiliza equipos como LECO, este equipo realiza principalmente análisis de nitrógeno y Azufre proveniente de matrices de foliares y suelos del área de agronomía, también un equipo de Absorción Atómica e ICP OES donde se realiza el análisis de metales de las diferentes matrices del rubro agronómico. Culminé un importante periodo de aprendizaje y aporte en ALS PERU SA en Agosto de 2011.

Inicio mi relación laboral con ALS PERU mediante un periodo de práctica profesional de Octubre del 2006 a Diciembre del 2006; seguidamente aplique para analista químico en el laboratorio fisicoquímico realizando los siguientes análisis en agua: fosforo total, fenoles, aceites y grasas, SAAM (surfactantes tensoactivos), DBO₅, Cianuros y técnicas potenciométricas como fluoruros y nitrógenos amoniacal todos los métodos basados principalmente del APHA (Métodos Normalizados para el Analisis de Aguas) y EPA (Environmental Protection Agency) por un periodo aproximado de un año y medio participando en interlaboratorios a nivel internacional, auditorias internas y externa con INDECOPI. A partir de Agosto del 2008 ingreso al área instrumental con un aumento de responsabilidades desarrollando un mejor perfil profesional aportando implementaciones, validaciones y un periodo arduo de investigación de métodos analíticos comercialmente importantes para un laboratorio de servicios.

Con respecto a los beneficios recibidos por la empresa fueron los correspondientes por Ley del Estado Peruano incluyendo además las utilidades anuales, bono por asignación familiar y beneficio parcial de EPS.

4. TRABAJO PROFESIONAL DESARROLLADO

El trabajo profesional se basa principalmente en el área Fisicoquímico en el periodo Enero del 2007 hasta Agosto del 2008 donde se desarrolla la acreditación y extensión de aplicación de métodos analíticos para análisis de aguas basadas principalmente en el APHA, resultando una buena participación de auditorias internas; se formó un grupo folclórico que participa usualmente en la fiesta de la empresa en Diciembre del 2008.

En el área instrumental las funciones asignadas era la operatividad del ICP OES e ICP MS principalmente, participé en la capacitación constante del FIMS (analizador de Mercurio) y Absorción Atómica cumpliendo satisfactoriamente la capacitación. Asignandome funciones y responsabilidades de reporte de resultados obtenidos del área instrumental, también la responsabilidad de hacer un procedimiento de mantenimiento de equipos así como hacerlo cumplir. Mediante las supervisiones periódicas asignadas estuve a cargo de realizar las solicitudes de requerimientos de materiales consumibles, estándares y reactivos para el laboratorio durante el año 2010 y 2011, contactando con los respectivos proveedores.

Finalmente estuve a cargo de la brigada contra incendios del Laboratorio de ALS División Ambiental, donde mensualmente se hacía capacitaciones de primeros auxilios, realizaciones de simulacros y capacitación al personal de Laboratorio.

5. TÉCNICAS ANALÍTICAS E INSTRUMENTOS

Las técnicas analíticas desarrolladas son principalmente para el análisis de metales en filtros de monitoreo, que da algunos alcances y disposiciones para las buenas practicas de laboratorio. Y los instrumentos usados en el presente informe son desarrollados únicamente para el análisis de metales.

5.1 TÉCNICA DE PESAJE

Este proceso consta de dos partes el Pre-pesado y Post-pesado de filtros, se realiza en el laboratorio ambos pasos, para el primer paso se hace tres pesajes en tres tiempos diferentes de cuatro horas espaciadas cada una con la temperatura y el control de humedad del ambiente de la balanza medidos rutinariamente, el pesaje de los filtros se realiza en una balanza de cuatro dígitos con cabina de pesaje y sensibilidad de 0,1 mg, se reporta el promedio de pesos como pre-pesado de filtro, se envía para el monitoreo de aire en una bolsa hermética (libre de humedad) evitando el contacto con el ambiente y el tacto, luego al retornar el filtro del monitoreo al laboratorio se realiza el post pesado con la misma mecánica del pre-pesado se realiza los tres pesajes estipulados y se reporta en promedio el post-pesado. Al final se considera en **mg por filtro** la diferencia del pre pesado y post pesado del filtro considerando de esta manera el peso aparente de partículas en suspensión; que se terminará de calcular con el área del filtro, el área de exposición al filtro en el monitoreo, la velocidad de ventilación y otros factores considerados en el monitoreo ambiental.

5.2 ANÁLISIS DE ANHIDRIDO SULFUROSO

Para el caso de Anhídrido Sulfuroso es un ensayo físicoquímico donde se analiza la solución captadora usada en un sistema de bomba de vacío, sistema de tubos de extracción (que contienen solución captadora) y una

cámara de monitoreo para dirigir el aire a monitorear hacia el sistema captador. El método fisicoquímico es detallado en el Method 19 EPA “DETERMINATION OF SULFUR DIOXIDE REMOVAL EFFICIENCY AND PARTICULATE MATTER, SULFUR DIOXIDE, AND NITROGEN OXIDE EMISSION RATES”. Haciendo un alcance del método se puede decir que se analiza los complejos formados de la solución captadoras con las moléculas NO_x y SO_x respectivamente y que por adiciones de reactivos secuencialmente con tiempos establecidos se separa las moléculas SO_x y NO_x reduciéndose básicamente a un método colorimétrico cuantificándose en un espectrofotómetro UV/VIS. Y realizando una curva de Absorbancia vs Concentración se reporta los resultados considerando los volúmenes y tiempo de muestreo.

5.3 ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA

La Ciencia de Espectroscopía de Absorción Atómica ha producido tres técnicas para uso analítico: Emisión Atómica, Absorción Atómica, y Fluorescencia Atómica.

La espectroscopia de absorción atómica (AAS), tiene como fundamento la absorción de radiación de una longitud de onda determinada. Esta radiación es absorbida selectivamente por átomos que tengan niveles energéticos cuya diferencia en energía corresponda en valor a la energía de los fotones incidentes. La cantidad de fotones absorbidos, está determinada por la ley de Beer, que relaciona ésta pérdida de poder radiante, con la concentración de la especie absorbente y con el espesor de la celda o recipiente que contiene los átomos absorbedores.

Los componentes instrumentales de un equipo de espectrofotometría de absorción atómica son los similares a los de un fotómetro o espectrofotómetro de flama, excepto que en AAS se requiere de una fuente

de radiación necesaria para excitar los átomos del analito (para este caso es la lámpara de Cátodo Hueco).

La porción del sistema óptico de un espectrofotómetro de absorción atómica que conduce la luz desde la fuente al monocromador es conocida como fotómetro. En instrumentos de absorción atómica se utilizan usualmente tres tipos de fotómetros: de un sólo haz, de doble haz y lo que puede llamarse un solo haz compensado o pseudo doble haz.

En el sistema de doble haz, el haz de referencia sirve como un monitor de la intensidad de la lámpara y la respuesta característica del circuito electrónico común. Por lo tanto, la absorbancia observada, determinada desde un cociente de haz de muestra y lecturas de haz de referencia, se encuentra más libre de efectos debido a corrientes de intensidad llevadas y otras anomalías electrónicas que afectan similarmente a ambos haces de muestra y de referencia.

La luz de la fuente debe ser enfocada en la celda de muestra y dirigida al monocromador, donde las longitudes de onda de luz son dispersadas y la línea analítica de interés esta enfocada en el detector. Alguna energía se pierde en el camino a la superficie de la óptica. Los espejos al frente, altamente reflectivos, pueden ser utilizados para controlar el enfoque en la fuente y el campo de vista del detector de luz precisamente y con mínima pérdida de radiación.

Los cabezales de quemador usualmente están hechos de acero inoxidable o titanio. Los cabezales de titanio son preferibles ya que suministran resistencia extrema al calor y corrosión.

Se requieren cabezales de quemador de diferentes geometrías para variadas condiciones de muestra o llama. Un cabezal de quemador de 10 cm es recomendado para llamas de aire-acetileno. Un cabezal de quemador especial de 5 cm se requiere cuando se utiliza flama de óxido

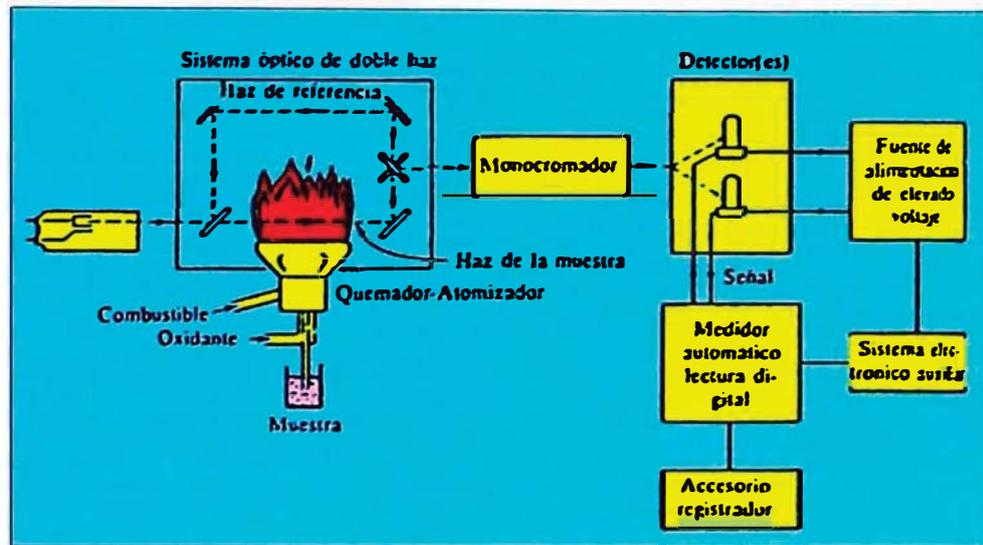


Figura 2. Esquema de Funcionamiento general de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica

nitroso-acetileno. Los cabezales de quemador también están disponibles para propósitos especiales, como el uso con soluciones que tienen contenido excepcional de sólidos altamente disueltos.

La mayoría de interferencias en absorción atómica incluyen:

1. interferencia de matriz,
2. interferencia química
3. interferencia de ionización
4. absorción de fondo.

Para el primer interferente en mención se debe tener consideración especial en la preparación de la muestra o el uso del método de adición de estándares, esto puede compensar los problemas generados. Para el segundo y tercero interferente mencionado, la adición de un agente liberador apropiado o buffer de ionización o el cambio en el tipo de llama

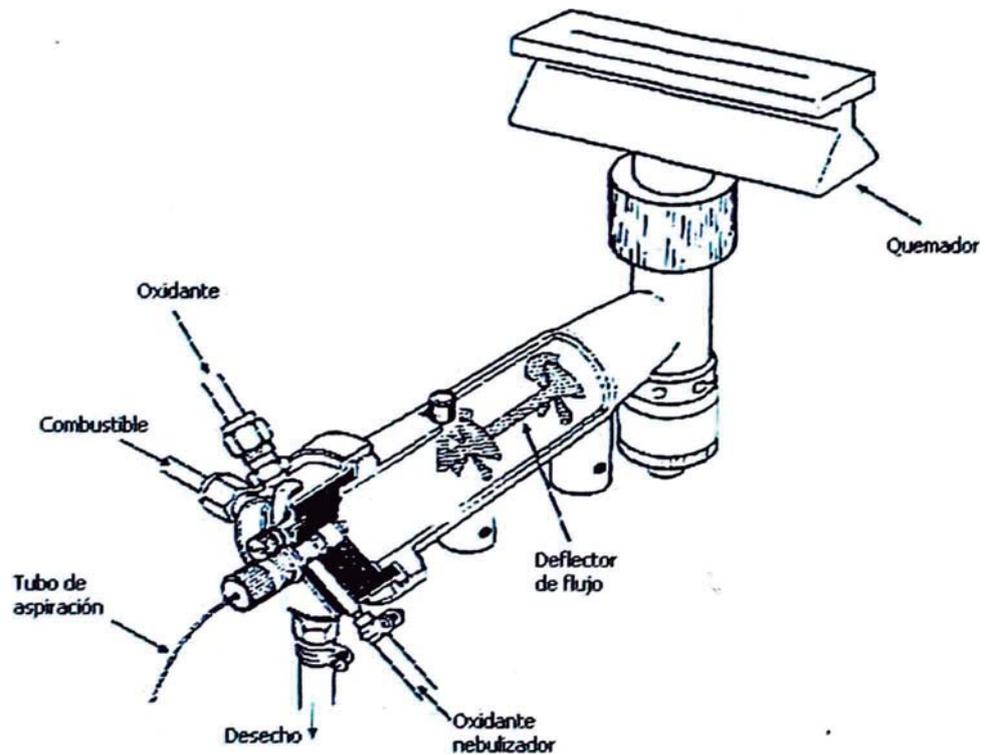


Figura 3. Esquema de funcionamiento del nebulizador y quemador del equipo de absorción atómica

utilizado normalmente eliminará la interferencia. Para el cuarto, la absorción de fondo, la técnica de corrección instrumental compensará automáticamente los efectos de predisposición.

Algunas acotaciones acerca del software del equipo es que permite todo tipo de alternativas con respecto al uso de flama; corriente y uso de longitud de onda del cátodo hueco, además el uso de diferentes regresiones, unidades de concentración; también nos permite concentraciones de diferentes niveles (tanto para análisis de metales de concentrados, sedimentos, filtros, aguas, tejidos, etc) según sea el destino del análisis.

Si bien es cierto la espectroscopía de Absorción Atómica por llama es rápida y precisa en órdenes de partes por millón (ppm) o miligramo por litro (mg/L) de muestra, existe necesidad de realizar análisis de órdenes trazas microgramo por litro ($\mu\text{g/L}$) para el Mercurio, Selenio, etc.

Para esto existen accesorios, que acoplados con el AAS permiten una alta sensibilidad. Se tienen tres técnicas: Técnica de Mercurio por vapor frío, Generador de Hidruros y Absorción Atómica con Horno de Grafito.

5.3.1 Técnica de Mercurio por Vapor Frío

En la técnica de vapor frío de mercurio, el mercurio esta químicamente reducido al estado atómico libre, la muestra reacciona con un fuerte agente reductor como el cloruro de estaño o el borohidruro de sodio en un sistema cerrado de reacción. El mercurio volátil es entonces conducido desde el frasco de reacción por burbujas de aire conectadas a una celda de absorción, que está situada en el paso de luz del espectrómetro de absorción atómica.

Como los átomos de mercurio pasan dentro de la celda de muestra, la absorbancia medida se eleva indicando el aumento de concentración de átomos de mercurio en el paso de radiación. Algunos sistemas permiten el paso de vapor de mercurio del tubo de absorción al de desecho, en ese caso los picos de absorbancia caen cuando el mercurio se agota. La absorbancia más alta observada durante la medición se tomará como señal analítica. En otros sistemas, el vapor de mercurio es conducido de vuelta a través de la solución y la celda de muestra en un "loop" (volumen específico para lectura específico del equipo en mención) cerrado. La absorbancia se incrementará hasta que se consiga un equilibrio en la concentración de mercurio. Entonces la absorbancia se nivelará, y este equilibrio en la absorbancia se utilizará para la cuantificación.

El proceso completo de vapor de mercurio en frío puede ser automatizado utilizando la técnica de inyección de flujo. Pueden analizarse dos muestras a la tasa de una muestra por minuto sin intervención de un operador. Los límites de detección son comparables a aquellos obtenidos utilizando los procesos manuales. El uso de los sistemas de inyección de flujo también minimizan la cantidad de reactivos requeridos para determinación, y además reducen los costos de análisis.

5.3.2 Generación de Hidruros

Los sistemas de muestreo por Generación de Hidruros para Absorción Atómica permiten alguna semejanza con los sistemas de Mercurio por vapor frío. Las muestras reaccionan en un sistema externo con un agente reductor, usualmente borohidruro de Sodio. El producto gaseoso resultante es luego llevado hacia la celda de muestra en el paso de haz electromagnético del espectrómetro de AA. Al contrario de la técnica de mercurio, los productos de reacción gaseosa no son átomos analitos libres si no hidruros volátiles. Estas especies moleculares no son capaces de ocasionar absorción atómica. Para disociar el gas hidruro en átomos libres, se debe calentar la celda de muestra.

En algunos sistemas de hidruros, la celda de absorción está montada sobre el cabezal de quemador del espectrómetro de AA, y la celda está calentada por la llama de aire-acetileno. En otros sistemas, la celda se calienta eléctricamente. En ambos casos, el gas hidruro es disociado en la celda calentada, en átomos libres, y la absorción atómica se eleva y cae cuando se crean los átomos y luego escapan de la celda de absorción. La lectura máxima de absorción, o alto de pico, o área integrada de pico se toma de la señal analítica.

Este equipo trabaja adaptado al de Absorción Atómica o en algunos casos al ICP Optico según la disposición y de la calidad de análisis que se requiere.

Ésta técnica se emplea para la determinación de Arsénico, Antimonio, Selenio y para algunos casos Teluro (aunque no es muy solicitado) basado en el método 3114 – A|C; que para el caso de análisis de filtros se determinará Arsénico. El equipo VGA 77 es un equipo que se acopla al AAS SpectraA que consta de una bomba peristáltica que está acondicionada para que conlleve tres flujos, el reductor, el ácido y la muestra la cual se combinará con el Argón que alimenta al flujo total (El sistema de funcionamiento en la figura 4) hasta la celda de separación generándose los hidruros respectivos (Arsina para el Arsénico, Estibina para el Antimonio y Seleniuro para el Selenio), los cuales van directamente a la celda de reacción, ubicada sobre el quemador del AAS. Esta técnica tiene un carácter más selectivo, pues se hace simultáneamente reducciones del elemento, por tanto produce una gran sensibilidad en el equipo; es decir se puede trabajar en orden de parte por millón (ppm) o partes por trillón (ppt) para el caso del mercurio. El procedimiento de la optimización está resumido en el anexo B.2.

La Determinación de Arsénico (As) se realiza completamente por la técnica clásica de Generación de Hidruros donde entrega la muestra pre-reducida con HCl y Cloruro de Potasio(KCl) al 11% con un sistema de celdas de separación, de reacción y un sistema de flujos reductor-Boro Hidruro de Sodio (NaBH_4), solución acondicionadora (HCl 5N), muestra y Argón el cual al pasar por la celda de reacción ocurre un proceso similar al descrito en el punto anterior como toda técnica de Absorción Atómica; que por absorción de energía a través de los fotones emitidos por la lámpara genera una diferencia de energía y luego se cuantifica en Absorbancia vs concentración.

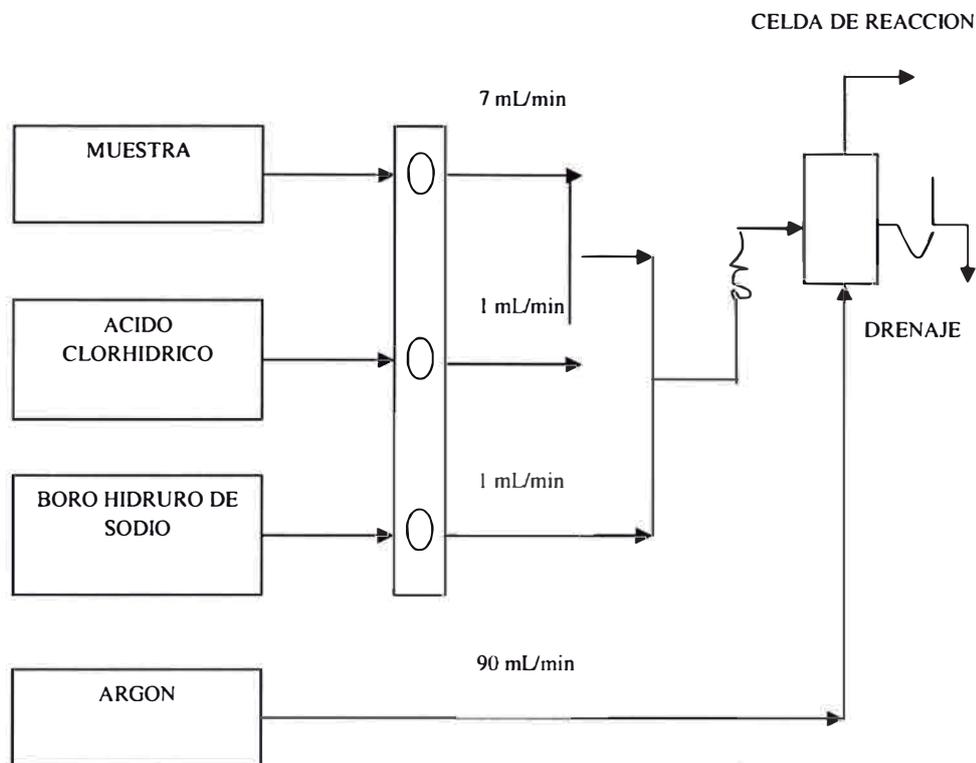


Figura 4: Esquema del sistema de flujos y entrada a la celda de separación

5.3.3 Atomización con Horno de Grafito para Absorción Atómica

La técnica de atomización de alta sensibilidad más avanzada y ampliamente utilizada para absorción atómica es la de Horno de Grafito. En esta técnica, un tubo de grafito es ubicado en el compartimiento de muestra del espectrofotómetro, con el paso de luz atravesado. Un pequeño volumen de la solución de muestra es cuantitativamente situado dentro del tubo, normalmente a través de un agujero de inyección de muestra ubicado en el centro de la pared del tubo. El tubo se calienta mediante una secuencia de temperatura

programada hasta que finalmente el analito presente en la muestra sea disociado en átomos y ocurra la absorción atómica.

Como los átomos son aislados y difundidos fuera del tubo, aumenta la absorbancia y cae en una señal con forma de pico. El alto de pico o área de pico integrada es utilizado como señal analítica para cuantificación.

Ventajas del la Técnica de Horno de Grafito

Los Límites de Detección con horno de grafito está en el rango ng/L para muchos elementos. La muestra es atomizada en un periodo de tiempo muy corto, concentrando los átomos disponibles en la celda calentada y observándose el aumento de la sensibilidad. Incluso esta técnica usa volúmenes de muestra en microlitros , la muestra pequeña se compensa con periodos largos de residencia de un átomo en el paso de luz. Esto brinda límites de detección similares a las técnicas discutidas antes, que utilizan muestras mucho mas grandes.

La técnica de horno de grafito es mucho más automatizada que otras técnicas, incluso cuando los programas de calentamiento pueden ser muy sofisticados, el proceso completo es automático una vez que la muestra ha sido introducida y el programa del horno iniciado. Los muestreos automáticos hacen posible desatender por completo toda operación para horno de grafito.

Experiencias anteriores con horno de grafito estaban llenas de problemas de interferencia, requiriendo procedimientos detallados de optimización para toda muestra para obtener resultados exactos. Sin embargo, estudios más extensos dentro de la teoría de la técnica del horno combinada con el desarrollo de la instrumentación mejorada han cambiado al horno de absorción atómica en una rutina técnica para análisis de trazas de metal muy confiables.

La ventaja final y mas obvia del horno de grafito es su amplia aplicabilidad. El horno de grafito puede determinar muchos elementos medibles por absorción atómica en una amplia variedad de matrices. La importancia de esta técnica requiere una discusión mas detallada en capítulos siguientes.

Aplicaciones del Horno de Grafito

La sensibilidad del Horno de Grafito de Absorción Atómica lo hace la mejor opción para aplicaciones de análisis de trazas de metal. Las rutinas de determinación al nivel $\mu\text{g/L}$ para muchos elementos lo hace ideal para aplicaciones ambientales. Los avances en la instrumentación y las técnicas hacen posible analizar muestras de matriz muy complejas, como aquellas frecuentemente encontradas en muestras biológicas y geológicas. Los tamaños de muestra en microlitros utilizados ofrecen beneficios adicionales donde la cantidad de muestra disponible para análisis es limitada como en muchos análisis clínicos.

Componentes del sistema de Horno de Grafito

El Horno de Grafito esta compuesto por tres grandes componentes, el atomizador, la fuente poder, y el programador. El atomizador esta ubicado en el compartimiento de muestra del espectrofotómetro de absorción atómica, donde ocurre la atomización de la muestra y la absorción de luz. La fuente poder controla los flujos de energía y gas del atomizador bajo la dirección del programador, que esta usualmente dentro de la fuente poder o del espectrofotómetro.

Cuadro 2. Cuadro comparativo entre la sensibilidad de análisis por horno de Grafito y Absorción Atómica por flama en ppb ($\mu\text{g/L}$) ⁽²⁾

Elemento	Horno de Grafito	Llama por Absorción Atómica
Plata	0,02	1,5
Aluminio	0,1	45
Bario	0,4	15
Cadmio	0,008	0,8
Cobre	0,1	1,5
Hierro	0,1	5
Manganeso	0,04	1,5
Plomo	0,06	15
Zinc	0,1	1,5

⁽²⁾ Conceptos, Instrumentación y Técnicas en Espectrometría por AA; Richard D. Beaty and Jack D. Kerber

5.4 ANALIZADOR DE MERCURIO (FIMS)

El sistema de funcionamiento de éste equipo tiene el mismo principio teórico que la técnica de Mercurio por vapor frío, la diferencia es que la separación de Hg_2Cl_2 de los iones cloruros son mucho mas eficientes con el sistema de separación que tiene el equipo, además que el equipo tiene mayor sensibilidad con respecto a las absorbancias vs concentración. Como se mencionaba en la sección 2.3.1 éste equipo está provisto de un Loop (colector de volumen fijo) que asegura mediante la inyección de flujo automatizado la mayor sensibilidad posible en la técnica, por tanto la lectura por muestra es mas rápida y permite tener mayor rango de análisis (de 0,5 ppb a 20 ppb). Con respecto al funcionamiento del equipo, las partes de ésta técnica se basa en la reducción del Mercurio con el Cloruro de Estaño (II) la muestra inyectada pasa por los siguientes recorridos: la nebulización de la muestra, el tren de celdas de separación donde ocurre la reacción similar a la técnica clásica de Generación de Hidruros, el reductor ($\text{SnCl}_{2(\text{ac})}$) junto con la solución acondicionador (HCl 6N) y el Argón que en conjunto forman los iones Hg^{2+} y Cl^- que pasan a través de la fotones emitidos por la lámpara de Mercurio y por absorción atómica que genera

una diferencia de energía y luego se cuantifica con absorbancia vs concentración.

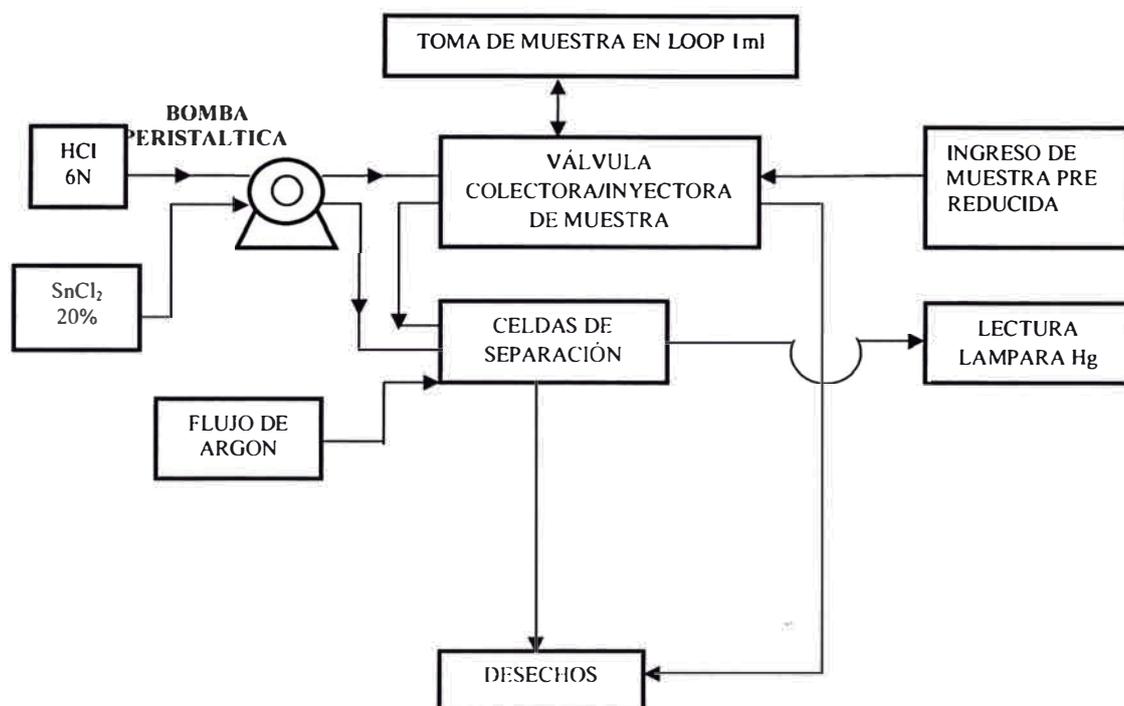


Figura 5. Procedimiento de Funcionamiento del Analizador de Mercurio (FIMS)

5.5 ESPECTROSCOPIA DE EMISIÓN ÓPTICA DE PLASMA ACOPLADO INDUCTIVAMENTE

La espectroscopía de emisión óptica de plasma acoplado inductivamente (ICP OES) se basa en la vaporización, disociación, ionización y excitación de los diferentes elementos químicos de una muestra en el interior de un plasma.

Durante el proceso de pérdida de excitación de los átomos neutros y iones en el interior de un plasma, se producen las emisiones de radiación electromagnética en la zona del UV-visible. Estas radiaciones, características de cada elemento, se separan en función de su longitud de onda y finalmente se cuantifica la intensidad. La selección de la longitud

de onda permite determinar el metal cualitativamente, mientras que la intensidad de la radiación emitida proporciona la información para cuantificar el análisis.



El plasma que es una fuente energética alimentada por flujo de Argón, libre de cualquier interferente químico, llega a una temperatura aproximada de 6000 K, suficiente para evitar algún interferente químico, espectral o formación de algún complejo. En la figura 5 se muestra un esquema del funcionamiento del equipo; un comentario adicional es que estos equipos son provistos por un alimentador de muestra (autosampler) que permite aprovechar la velocidad en que se realizan éstas lecturas tomando aproximadamente 2,5 minutos por muestra.

Por ICP OES se analizan: **Sodio(Na), Magnesio(Mg), Potasio(K), Calcio(Ca), Titanio(Ti) , Hierro(Fe)**; Un repaso rápido del trabajo con ésta metodología comprende un sistema principalmente de curvas de calibración, controles de calidad de lectura, controles de calidad de digestión y muestras con un medio de ácido nítrico al 2%; principalmente para el ICP OES comprende de un sistema de nebulización que es alimentado por flujos de tres corrientes: muestra, estándar interno (1 mg/L de Ytrio en HNO₃ al 2%) y el flujo de residuo (residuo de nebulizador) ésta es conectado por un inyector de muestra que lo dirige a la Antorcha donde es encendida un plasma de 3200 – 6000 °C el cual selecciona los elementos según los niveles de energía perdidos del sistema excitado de los iones al sistema basal o subniveles de los átomos o moléculas; y se cuantifica según la frecuencia y longitud de onda obtenida.

5.6 ESPECTROSCOPIA DE MASAS CON PLASMA DE ACOPLAMIENTO INDUCTIVO

La técnica de espectrometría de masas con plasma de acoplamiento inductivo (ICP-MS, del nombre en inglés Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry), es una variante de las técnicas de análisis por espectrometría de masas. Las ventajas principales de esta técnica radican en la alta precisión, bajos límites de detección y bajo coste económico, analizando la mayoría de los elementos e isótopos presentes en la tabla periódica. Es por lo tanto una técnica apta para exigencias de análisis de aguas, lixiviados de rocas y minerales, alimentos etc.

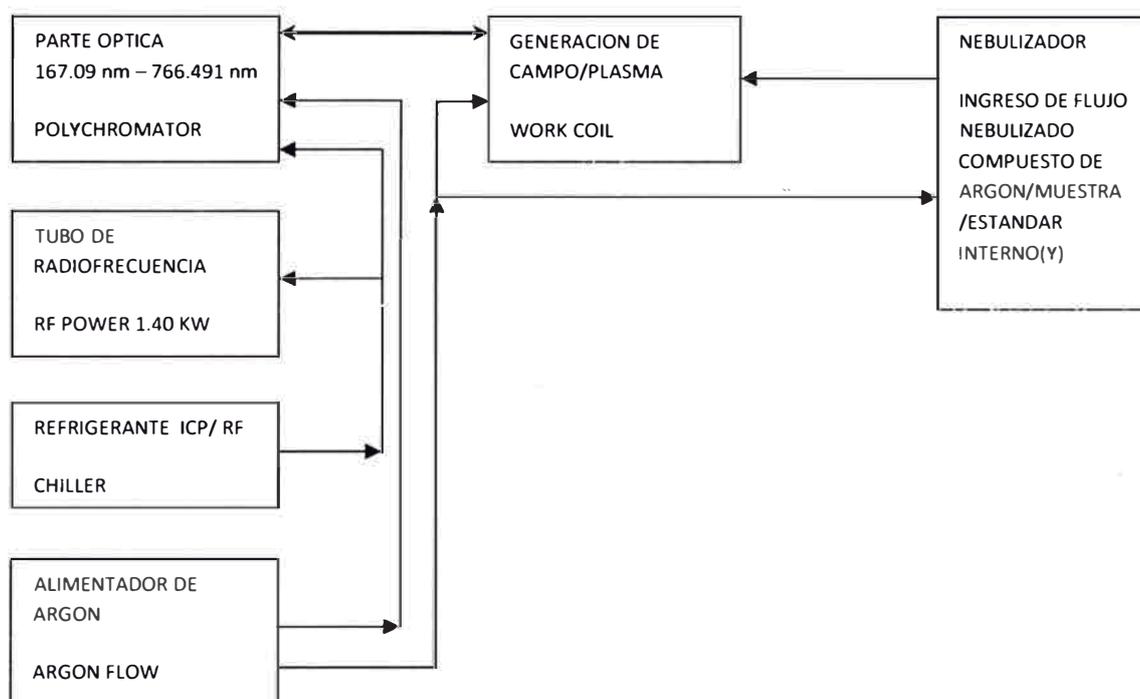


Figura 6. Funcionamiento de ICP OES Radial

La técnica de ICP-MS combina dos propiedades analíticas que la convierten en un potente instrumento en el campo del análisis de trazas multielemental. Por una parte obtiene una matriz libre de interferencias debido a la eficiencia de ionización del plasma de Argón y por otra parte presenta una alta relación señal-ruido característica en las técnicas de

espectrometría de masas. El plasma de acoplamiento inductivo de argón es usado como una fuente muy eficaz de iones en su estado M^+ . El espectro de masas de esta fuente de iones es medido por medio de un espectrómetro de masas cuadrupolar. En ésta detección de masas el ICP MS se optimiza con los sistemas *Pulse Stage* y *Analog stage*, el primero permite detectar pulsaciones a escalas de trazas (es decir en orden de ppb a ppt), en el caso del segundo permite la detección de análisis de metales de mayor concentración (en orden de ppm). Tiene un rango de detección de masas de 4 a 240 m/z.

El rango lineal es ventajoso con respecto al ICP OES, considerando los niveles de concentración de $\mu\text{g/L}$ y ng/L .

El ICP OES e ICP MS son técnicas en las que tienen un proceso de puesta en marcha, en las que se realizan pruebas de incertidumbre, límites de detección, robustez, repetitividad y recuperación.

Por ICP MS se analiza los siguientes analitos: **Litio(Li), Berilio(Be), Aluminio(Al), Vanadio(V), Cromo(Cr), Manganeso(Mn), Cobalto(Co), Nickel(Ni), Cobre(Cu), Zinc(Zn), Arsénico(As), Selenio(Se), Estroncio(Sr), Molibdeno(Mo), Plata(Ag), Cadmio(Cd), Estaño(Sn), Antimonio(Sb), Bario(Ba), Talio(Tl), Plomo(Pb), Bismuto(Bi) y Uranio(U)**. El sistema de funcionamiento es similar al del ICP OES la diferencia es que el área de los flujos son menores al igual que el estándar interno que consta de seis elementos (Li, Sc, Y, Re, In y Th). Estas diferencias son debido a que los resultados están en niveles ultra trazas basándose principalmente en la diferencia de potenciales dentro de los cuadrupolos iónicos, aquí se realiza una primera selección de las masas según su electronegatividad, una vez realizada ésta primera selección pasa al detector del equipo, y se realizan los cálculos de las abundancias de las masas al igual que los interferentes intermoleculares hacen mas selectivos

la interpretación de los resultados, con mayor precisión y mejor repetitividad.

Cuadro 3: Límite de Detección, y Rango dinámico Lineal del ICP OES para matrices acuosas con medio Nítrico al 2%.⁽³⁾

Parámetro	Límite de Detección (ppm)	Límite Superior (ppm)
Plata	0,01	500
Aluminio	0,2	1000
Arsénico	0,2	1000
Boro	0,1	700
Bario	0,1	150
Berilio	0,05	50
Bismuto	0,05	1000
Calcio	0,05	1000
Cadmio	0,005	500
Cobalto	0,005	500
Cromo	0,01	500
Cobre	0,005	500
Hierro	0,03	1000
Potasio	2	1000
Litio	0,01	300
Magnesio	0,01	1000
Manganeso	0,005	700
Molibdeno	0,01	500
Sodio	2	300
Níquel	0,01	500
Fosforo	0,3	1000
Plomo	0,05	1000
Antimonio	0,2	1000
Selenio	0,2	500
Silicio	0,05	500
Estaño	0,03	500
Estroncio	0,01	500
Titanio	0,01	700
Talio	0,01	500
Uranio	0,05	1000
Vanadio	0,03	700
Zinc	0,005	1000

⁽³⁾ Resultados ALS PERU Validación de Métodos de Análisis de metales en Agua por ICP OES

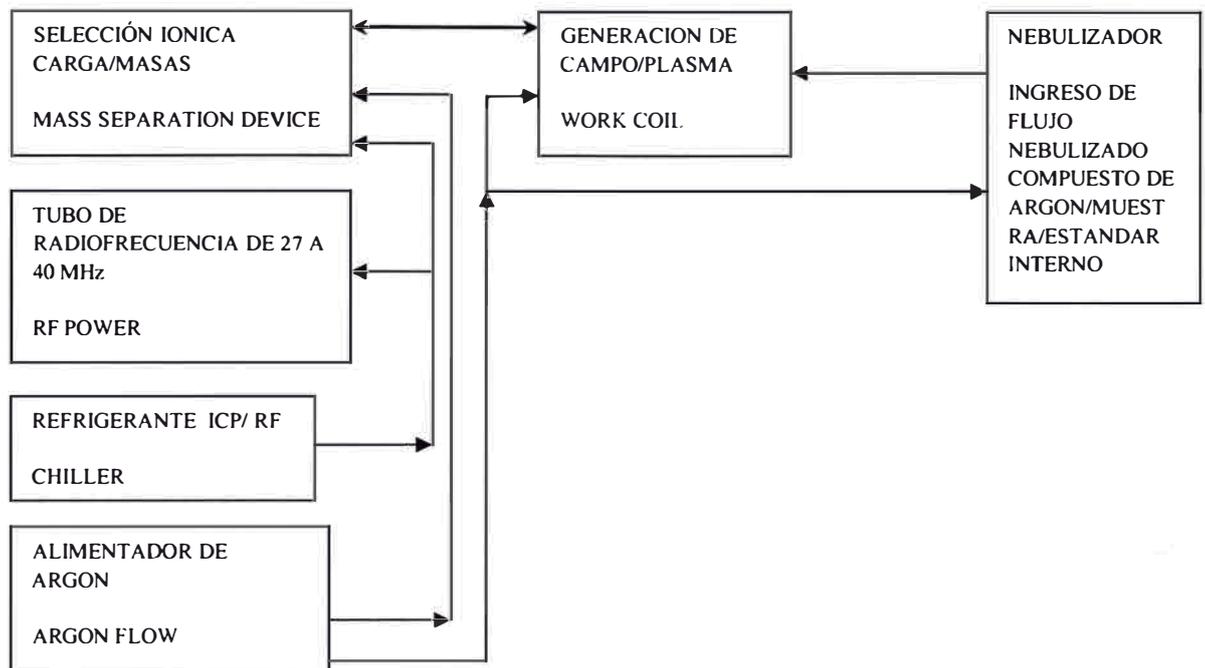


Figura 7. Esquema de Funcionamiento del ICP MS

El uso del Estándar Interno es importante, las características del estándar interno es que no debe reaccionar con ningún analito que se analiza ni formar interferente químico, además de pasar por el mismo proceso de análisis para que de ésta manera permita corregir las concentraciones alteradas por alguna matriz con altas concentración de sales o alguna muestra con concentraciones altas en metales pesados, por ejemplo:

Se desea medir en el ICP MS la concentración de una muestra con alto contenido de cobre, aproximadamente 50 ppm (mg/L).

Se describe en el cuadro 6, se usa como estándar interno, los siguientes elementos: Li6, Sc45, Y89, Re187, In115 y Th232 ; todos a una concentración de 0,01 ppm (mg/L) en la tercera columna (MUESTRA 1 sin corrección) se muestra los resultados ideales, es decir las concentraciones que se debe obtener considerando que no existiera ningún tipo de interferente por matriz.

Cuadro 4. Limite de Detección, y Rango dinámico Lineal del ICP MS obtenidos con un medio acuoso de ácido nítrico al 2%.⁽⁴⁾

Parámetro	Limite de Detección (ppm)	Limite Superior (ppm)
Plata	0,00001	50
Aluminio	0,001	100
Arsénico	0,001	100
Boro	0,001	50
Bario	0,00005	50
Berilio	0,005	50
Bismuto	0,05	50
Calcio	0,05	1000
Cadmio	0,00002	250
Cobalto	0,001	50
Cromo	0,001	50
Cobre	0,0001	50
Hierro	0,03	1000
Potasio	0,01	1000
Litio	0,001	50
Magnesio	0,01	1000
Manganeso	0,00005	50
Molibdeno	0,00005	50
Sodio	0,1	800
Niquel	0,002	50
Fosforo	0,05	1000
Plomo	0,00005	50
Antimonio	0,00005	50
Selenio	0,0001	50
Silicio	0,05	500
Estaño	0,0001	50
Estroncio	0,0001	50
Titanio	0,005	700
Talio	0,0001	50
Uranio	0,00005	25
Vanadio	0,0001	50
Zinc	0,0001	50

⁽⁴⁾ Resultados ALS PERU Validación de Métodos de Análisis de metales en Agua por ICP MS

Se toma como ejemplo los elementos interferidos: Vanadio, Cromo, Manganeso, Cobalto, Niquel, Cobre, Zinc, Selenio y Estroncio. Según los

procedimientos de corrección por Estándar Interno de Instructivo de ICP MS, los elementos: Aluminio, Boro, Vanadio, Cromo, Manganeso, Cobalto, Niquel, son corregidos por la desviación (o porcentaje de desviación de concentración) en el escandio 45, y para el cobre, Zinc, Selenio y Estroncio son corregido por el Ytrio; la corrección procede de la siguiente manera, si el escandio aumenta un porcentaje determinado, ese porcentaje se disminuye a los elementos implicados o si disminuye se realiza la acción opuesta a los elementos implicados, para el ejemplo se considera el resultado del Vanadio, en la tercera columna se muestra el resultado ideal es decir 1,46 ppm (mg/L) en la cuarta columna se muestra los resultados alterados por la alta concentración del cobre, el escandio aumentó en concentración aproximadamente 12% y eso se refleja también en los analitos implicados, se puede proceder de dos maneras: la primera que es recomendada para alteraciones de $\pm 5\%$, es que se realiza una corrección simple de multiplicar por el porcentaje de desviación y luego restar el valor obtenido de la concentración del Vanadio para obtener una concentración mas exacta; la segunda opción es realizar una serie de diluciones hasta obtener la verdadera concentración del estándar interno y por defecto la concentración verdadera del Vanadio diluido de 1:20 como se muestra en la columna 5 (cuadro 6) y al final multiplicar por este factor de dilución. En ambos casos el estándar interno cumpla la función de indicador que la lectura de la muestra está libre de algún interferente de matriz y permite la confiabilidad de la lectura.

La selección de las técnicas presentes depende de los límites que se desea obtener, así como de la matriz y tipo interferentes propias de la muestra que se desea analizar, se puede considerar lo que se presenta en el cuadro 5.

Una de las mejores técnicas considerando la inversión, producción y mayor rango de análisis es el ICP OES, una mayor amplitud de análisis se podría obtener de un ICP OES tipo DUAL.

Un ICP OES DUAL es un ICP que puede realizar análisis en Vista Radial y Vista Axial. La vista Radial es cuando la parte óptica del ICP considera los analitos analizados en forma perpendicular al plasma es decir que cuantifica a los analitos que se excitan con mas facilidad y de mayor proporción, en tanto la vista Axial realiza la detección de manera frontal capta toda la nube electrónica producida por el plasma.

Cuadro 5. Alcances de los límites de detección según las técnicas usadas para analizar metales.

Técnicas de Análisis de Metales	Alcance (µg/L.)
Absorción Atómica por Llama Acetileno	de 1 a >100
Generación de Hidruros	de 0,01 a 1
Horno de Grafito	de 0,01 a 0,1
ICP OES	de 0,1 a >100
ICP MS	Menores a 0,01

Cuadro 6. Comparación de la lectura de una muestra corregida por el Estándar Interno

Elemento	Masa	MUESTRA 1 sin corrección	MUESTRA 1 CORREGIDA	MUESTRA 1 DILUCION 1:20
Lithium*	6	0,00991	0,01002	0,01013
Litio	7	0,02471	0,02251	0,02509
Berilio	9	0,00207	0,00179	0,00190
Boro	11	0,04312	0,04643	0,04290
Aluminio	27	0,50000	0,05108	0,04921
Scandium*	45	0,00945	0,01181	0,01001
Vanadio	51	1,46086	1,63616	0,07304
Vanadio#	51	0,49819	0,55797	0,02491
Cromo	52	0,49006	0,54887	0,02450
Manganeso	55	0,01656	0,01855	0,00083
Cobalto	59	0,01394	0,01562	0,00070
Niquel	60	0,04189	0,04692	0,00209
Cobre	63	52,00192	72,00193	2,50197
Cobre	65	51,00252	73,00223	2,48234
Zinc	66	0,39195	0,54873	0,01960
Zinc	68	0,47199	0,66078	0,02360
Selenio	82	0,40946	0,57325	0,02047
Estroncio	88	0,02036	0,02850	0,00102
Yttrium*	89	0,01002	0,01405	0,00993
Molibdeno	95	0,00085	0,00107	0,00105
Plata	107	0,00055	0,00070	0,00077
Cadmium	111	0,00187	0,00145	0,00167
Cadmium#	111	0,00164	0,00177	0,00169
Indium*	115	0,00995	0,01013	0,00997
Tin	118	0,00215	0,00215	0,00194
Antimony	121	0,01138	0,01175	0,01047
Barium	138	0,00112	0,00103	0,00098
Rhenium*	187	0,00979	0,00988	0,01023
Thallium	205	0,00180	0,00198	0,00185
Lead	208	0,00114	0,00085	0,00096
Bismuth	209	0,00248	0,00236	0,00239
Thorium*	232	0,00863	0,00988	0,00844
Uranium	238	0,00093	0,00094	0,00089

MONITOREO DE AIRE MEDIO AMBIENTAL

Las partículas atmosféricas están conformadas por una mezcla de emisiones directas generadas desde una gran variedad de fuentes y se forman por diferentes mecanismos tales como la conversión gas-partícula.

El diámetro de una partícula se puede determinar geoméricamente, a partir de microscopia óptica o electrónica, por su movilidad eléctrica o por su comportamiento aerodinámico. El diámetro es una propiedad obvia de una partícula esférica; sin embargo muchas veces las partículas atmosféricas pueden ser cúbicas, cilíndricas o amorfas, debido a esto sus diámetros son a menudo descritos como diámetros equivalentes. Dos parámetros que son usados comúnmente como diámetros equivalentes son el diámetro de Stokes y el aerodinámico. El diámetro de Stokes D_p , describe el tamaño de la partícula basado en la fuerza de arrastre aerodinámica impartida sobre una partícula cuando su velocidad difiere de la del fluido en donde se encuentra contenida. Para una partícula esférica D_p es igual al diámetro físico de la partícula mientras que para partículas de forma irregular, D_p es el diámetro de una esfera equivalente que tendría la misma resistencia aerodinámica que la partícula en cuestión.

El diámetro aerodinámico D_a , depende de la densidad de la partícula y se define como el diámetro de una partícula esférica que posee una velocidad de sedimentación similar a la partícula en cuestión, pero con una densidad igual a 1 g/cm^3 . Partículas con el mismo tamaño físico y forma pero con diferentes densidades pueden tener el mismo diámetro de Stokes pero diferente diámetro aerodinámico (USEPA, 1997).

Existen tres criterios principales que se utilizan para clasificar las partículas de acuerdo con su tamaño: modal, basado en la observación de

las distribuciones por tamaño en el ambiente y sus mecanismos de formación; dosimétrica, fundamentada en la capacidad de las partículas de penetrar en distintos compartimentos del sistema respiratorio y muestreo selectivo de tamaño.

El muestreo selectivo de tamaño implica la recolección de partículas por debajo de un tamaño aerodinámico especificado, usualmente definido por el diámetro al cual un equipo muestreador tiene un 50% de eficiencia de recolección. Las partículas PM10 son todas aquellas que son recolectadas con un 50% de eficiencia con un muestreador de alto volumen cuyo diámetro o punto de corte es de 10 μm . La concentración de PM10 en el aire es un indicador de los niveles de partículas presentes en el medio, que tienen la capacidad de ingresar a la zona torácica del sistema respiratorio. Las partículas tienen una influencia importante en la transmisión de radiación atmosférica y en el ciclo del agua, de tal forma que pueden alterar el sistema de intercambio de energía entre la tierra y la atmósfera, mediante la absorción y dispersión de radiación solar, afectando directamente el clima (Su and Chen, 1997; Meinrat et ál., 1997; Dusek et ál., 2006).

Se validó un método de análisis para la determinación del contenido de metales presentes en partículas PM10 colectadas del aire ambiente. Las muestras se toman utilizando muestreadores de aire de alto volumen (High Volume) y bajo volumen (Low Volume) con controlador de flujo, sobre filtros de cuarzo (20,3 cm x 25,4 cm), con un flujo promedio de 1,13 $\text{m}^3\text{min}^{-1}$ durante 24 horas y dependiendo de las siguientes definiciones se toman los puntos de muestreo y la cantidad de puntos de muestreo.

5.5 TÉCNICA DE MUESTREO

A continuación se desarrollan los puntos que deben definirse cuando se pretende llevar a cabo un muestreo atmosférico.

a. Definición de los objetivos del muestreo

Entre los objetivos más usuales de un muestreo se encuentran:

- Estimar los efectos sobre la población y el medio ambiente.
- Informar al público sobre la calidad del aire.
- Proporcionar información sobre fuentes y riesgos de contaminación.
- Llevar a cabo evaluaciones sobre tendencias a largo plazo.
- Medir los efectos de las medidas de control en la calidad del aire.
- Estudiar las reacciones químicas de los contaminantes en el aire.
- Calibrar y evaluar modelos de dispersión de contaminantes en la atmósfera.

También hay que tener en cuenta el área de influencia del estudio:

- Muestreos de un área o región determinada: determinar el nivel de contaminación en una o varias localidades de una región determinada.
- Muestreos de la contaminación causada por fuentes emisoras:
Fijas: la emisión se produce siempre en el mismo lugar (Ej. Una industria)
Móviles: cambian su ubicación con el tiempo (tráfico de vehículos)
- Muestreos específicos, generalmente relacionados con personas.

b. Definición de parámetros ambientales

Contaminantes atmosféricos a medir:

- primarios: aquellos que se emiten directamente a la atmósfera.
- secundarios: se generan a partir de los primarios por reacciones en la atmósfera.
- Los principales: SO₂, NO_x, O₃, CO y partículas.

c. Localización de los puntos de muestreo

Existen diversos procedimientos de selección de los lugares donde se deben instalar los equipos de muestreo:

- Cuadrícula: los equipos se colocan en las aristas o en los vértices de una cuadrícula.
- Modelos estadísticos: nos proporcionan el número y la distribución óptima.
- Ciudades → experiencia + información. Se seleccionan puntos en los sitios más representativos de la ciudad:
 - centro de la ciudad.
 - sectores industriales.
 - zonas con densidad de tráfico elevada.
 - zonas residenciales.

Consideraciones a tener en cuenta en la localización de los puntos de muestreo:

- Fuentes de emisión.
- Topografía y meteorología.
- Calidad del aire.
- Modelos de simulación.

La localización de los puntos también está en función de los objetivos:

- Calidad del aire.
- Fuente fija.
- Fuente móvil.
- Salud Pública.

d. Número de puntos de muestreo requeridos

Consideraciones a tener en cuenta a la hora de elegir el número de puntos en una zona:

- Concentraciones más altas y variaciones → más puntos.
- Frecuencia de muestreo.
- Población.

- Recursos.

Ejemplo de localización de puntos, cada letra representa un día de la semana.

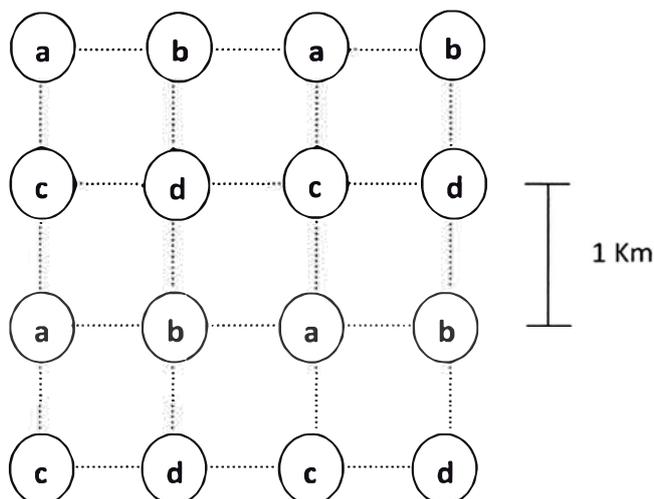


Figura 8. Ejemplo de muestreo de una zona específica por cuatro semanas

e. Requerimientos del lugar de muestreo

- Fácil acceso.
- Seguridad: protegido de actos vandálicos.
- Infraestructura: electricidad, agua, líneas de teléfono.
- Obstáculos: libre de obstáculos que dificulten la libre circulación del viento a 20 m de distancia del sitio de muestreo
- Fuentes de emisión: industrias, comerciales, carreteras con elevado tráfico, árboles y edificios con un radio libre de 10 m

f. Determinación de tiempos de muestreo

- Duración del programa:
- calidad del aire → 12 meses (influencia de los cambios estacionales).
- semestrales, mensuales, semanales.

- Frecuencia de muestreo: número de muestras en la unidad de tiempo. Es importante ya que la calidad del aire tiene variaciones temporales: cambios climáticos, estacionales, patrones de emisión e incluso con la hora del día (ver ejemplo en la siguiente página).
- Tiempo de toma de muestra: tiempo de toma de muestra para obtener una lectura individual en mediciones discontinuas. Depende de:
- Límite de Detección del método, nivel de contaminación: para concentraciones elevadas se requiere un menor tiempo.
- Normas oficiales.

Ejemplo de Variaciones de la concentración de contaminantes:

- Contaminante primario
- Contaminante secundario

Ejemplos de tiempos de muestreo:

- Selección del equipo de muestreo y de las técnicas de análisis. Se debe seleccionar una técnica simple con un bajo coste económico pero que sea capaz de cumplir con los objetivos del estudio.
- Redes de muestreo, Se define red de muestreo como el conjunto de estaciones de muestreo, generalmente fijas y continuas que se establecen para medir los parámetros ambientales y que cubren toda la extensión de un área determinada.

Existen diversos métodos para el diseño de las redes siendo los más utilizados los siguientes:

- el de la cuadrícula espacial que suministra información detallada en cuanto a la variabilidad espacial.
- el diseño ubicando los puntos en los lugares representativos, este método requiere un menor número de puntos y por lo tanto es más económico.

Considerando además que para éstos análisis se toma en cuenta el medio de la muestra, el fondo ultra tazas del filtro, certificados de los estándares adecuados para la validación, certificado de los ácidos, robustez del método, etc.

6. GUÍA PARA LA VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO

De las directrices realizadas por la Comisión de Reglamentos Técnicos y Comerciales de INDECOPI (Instituto Nacional de Defensa de la Competencia y de la Protección de la Propiedad Intelectual) y aprobado por el Gobierno Peruano según resolución N° 0008-2003/INDECOPI-CRT se sugiere la siguiente secuencia de trabajo para la validación de un método analítico para Laboratorio:

1. Definir objetivo, campo de aplicación o alcance del método, normas o documentos que le dan origen y las modificaciones efectuadas de dichos documentos.
2. Definir los parámetros de validación y criterios de aceptación.
3. Desarrollar un procedimiento operacional de validación.
4. Definir los (experimentos/ensayos/pruebas) de validación.
5. Verificar si las características de operación de los equipos con los que cuenta el laboratorio son compatibles con las exigidas por el método de estudio.
6. Caracterizar los materiales, por ejemplo, patrones y reactivos.
7. Ejecutar los (experimentos/ensayos/pruebas) preliminares de validación.
8. Ajustar los parámetros de validación del método y los criterios de aceptación, si es necesario.
9. Ejecutar los (experimentos/ensayos/pruebas) completos de validación.
10. Preparar un procedimiento operacional para la ejecución del método de rutina.

11. Definir criterios de revalidación (por ejemplo: periodicidad; cambios de personal, condiciones ambientales, equipos; etc).
12. Definir tipo y frecuencia de verificación de control de calidad analítica del método de rutina.
13. Todos los (experimentos/ensayos/pruebas) y los resultados deben ser documentados y registrados.

Indica también los siguientes parámetros a ser evaluados durante el proceso de Validación: La veracidad, Precisión, Selectividad, Rango, Linealidad, Limite de detección, Limite de cuantificación, Incertidumbre, Sensibilidad y Robustez.

Definiciones de parámetros de Validación

1. Veracidad: Grado de concordancia existente entre el valor medio obtenido de una gran serie de resultados y un valor aceptado como referencia
2. Precisión (repetibilidad y reproducibilidad): Grado de coincidencia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas. Otra apreciación es que la precisión depende únicamente de la distribución de los errores aleatorios y no está relacionada con el valor verdadero o especificado.

Por ejemplo: A nivel de laboratorio de servicios usualmente se mide la precisión por medio del porcentaje de RPD (Promedio de la desviación relativa) entre muestra y muestra duplicada.

Se hace lectura por absorción atómica de plomo en una muestra de agua superficial, la muestra M-1 como primera lectura obtenemos 0,11 ppm (mg/L) de plomo, luego se lee la muestra duplicada (llámese DÚP-M-1) donde se obtiene como lectura 0,13 ppm (mg/L).

Se calcula el RPD de la siguiente manera:

$\%RPD = (C_i - C_{i-1}) \times 100 / ((C_i + C_{i-1}) / 2)$, donde C_i y C_{i-1} son muestras duplicadas

Finalmente dentro de los lineamientos de calidad junto con las pruebas de precisión y reproducibilidad establece el porcentaje máximo de aceptación; para el ejemplo consideramos máximo 20%

Finalmente se concluye que la muestra M-1 y su respectivo duplicado está dentro del control de calidad definido

3. Selectividad/especificidad: Es el grado por el cual un método puede determinar un analito particular dentro de una mezcla compleja, sin ser interferido por otros componentes de la mezcla. La capacidad de un método para determinar exactamente y específicamente el analito del interés en la presencia de otros componentes en una matriz de la muestra bajo condiciones indicadas de la prueba.
4. Rango (Intervalo de Trabajo): Es el intervalo la más alta y más baja concentración del analito de la muestra, para la cual se ha demostrado que el método analítico tiene un nivel apropiado de precisión, veracidad y linealidad.
5. Linealidad/función respuesta: Es la relación entre la concentración de analito y la respuesta del método. Esta relación, denominada comúnmente curva patrón o curva de calibración, no tiene porque ser lineal para que el método sea eficaz. Cuando no sea posible la linealidad para un método, se deberá encontrar un algoritmo adecuado. Define la capacidad del método para obtener los resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito.

6. Límite de detección: El límite de detección de un procedimiento analítico es la menor cantidad de un analito en una muestra la cual puede ser detectada pero no necesariamente cuantificada con un valor exacto. El contenido más bajo que se puede medir con certeza estadística razonable. Otro concepto se considera como la concentración mas baja del analito en una muestra que puede ser detectada, pero no necesariamente cuantificable bajo condiciones indicadas de la prueba.

7. Límite de cuantificación: Es la concentración mínima que puede determinarse con un nivel aceptable de exactitud y precisión. Se establece examinando una muestra o material de referencia apropiado.

El contenido igual o mayor que el punto de mas bajo concentración en la curva de calibración. La concentración más baja de un analito que se puede determinar como aceptable precisión (repetibilidad) y exactitud bajo condiciones indicadas de la prueba.

Los límites de cuantificación son las características de funcionamiento que definen la capacidad de un proceso de medición química para “cuantificar” adecuadamente un analito.

8. Incertidumbre: Existen varios tipos de incertidumbre, asociadas con la repetición de las mediciones. Desde este punto de vista hay incertidumbres aleatorias (que dependen del azar por tener su relación con variables no controladas experimentalmente) e incertidumbres sistemáticas (por estar relacionada con variables cuya magnitud no está establecida, pero que se presentan siempre en los experimentos que se realizan). Las magnitudes experimentales siempre deben expresarse con sus unidades (valores numéricos mas los símbolos del sistema de unidades en uso), así como con la incertidumbre que se tiene en la medición.

9. Sensibilidad: Es el cambio en la respuesta de un instrumento de medida dividido por el cambio correspondiente en el estímulo.

NOTA: Este estímulo puede, por ejemplo, ser la cantidad de mesurando presente. La Sensibilidad puede depender del valor del estímulo. Aunque esta definición se aplica claramente a un instrumento de medida, puede también ser aplicada al método analítico en su totalidad, considerando otros factores tales como el efecto de la concentración medida.

10. Robustez: Es la medida de la resistencia de un método al cambio de respuesta cuando se introducen pequeñas variaciones en el procedimiento.

La robustez de un procedimiento analítico es una medida de su capacidad de no ser afectado por pequeñas, pero deliberadas variaciones en parámetros del método, y proporciona una indicación de su confiabilidad durante su normal uso.

7. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

7.1 Objetivos

- Mostrar el desarrollo de un método para el análisis de metales con matriz extractora del filtro, con una respuesta analítica a nivel instrumental.
- Analizar el extracto de la digestión del filtro para análisis de Arsénico por Generación de Hidruros acoplado al Absorción Atómica.
- Analizar el extracto de la digestión del filtro para análisis de Mercurio por el Método de Inyección de Flujo (FIMS).
- Analizar el extracto de la digestión de filtro para análisis de Calcio, Magnesio, Potasio, Sodio, Titanio y Hierro por ICP OES.
- Analizar el extracto de la digestión de filtro para análisis de Litio, Berilio, Boro, Aluminio, Vanadio, Cobalto, Cobre, Manganeso, Niquel, Zinc, Estroncio, Molibdeno, Plata, Cadmio, Uranio, Plomo, Bismuto, Talio, Estaño, Cromo y Bario por ICP MS.
- Revisar y Analizar los resultados obtenidos en mg/L haciendo un esbozo de la incertidumbre obtenida.

7.2 Materiales y Equipos

Para el Pre-pesado y Post-pesado de los filtros se usa los siguientes equipos: una Balanza Analítica de cuatro dígitos con una precisión de 1 mg, y calibrado por periodo de seis meses con especificaciones de INDECOPI, para el control de la temperatura y Humedad se usa un termohigrómetro instalado en el ambiente de balanza, con una marcación usual de 21 °C y 65% de Humedad Relativa.

Como material consumibles se usan filtros de fibra de cuarzo de aproximadamente 8 x 10 pulgadas (denominados filtros **High Vol**) con una área expuesta de 63 pulg² con la especificación del 99% de eficiencia de colección según la norma ASTM-2986 para partículas de 0,3 µm de diámetro, alternativamente para monitoreo de aire se usan otros filtros de cuarzo denominados **Low Vol** que también tiene otra presentación de teflón de 47mm de diámetro.

Para la digestión de los filtros, se realiza con un medio ácido (Ac. Nítrico Q.P. – Ac. Clorhídrico Q.P.) en un digestor hotblock SCIEX DIGISTER que tiene un rango de temperatura de (95 – 105)°C de digestión y trabaja con 48 posiciones calibrado adecuadamente, como material consumible se usan digitubes (recipientes cilíndricos de polipropileno graduado de capacidad de 50 mL) con su certificado de calidad correspondiente.

Los productos del digestado se filtran por medio del filtro Whatman (libre de metales #41).

Para lectura de ICP se usan los tubos de ensayo plásticos de Ø 17 mm x 13 cm

Para las diluciones y curva de calibración se usarán micropipetas marca Brand de rangos (0,050 – 1,000) mL y (0,50 – 5,00) mL debidamente calibradas y verificadas.

Para la curva de calibración de los ICPs se usan fioles volumétricas de 200 mL, 500 mL y 1000 mL marca Brand y/o Fortuna, toda preparación de punto de curva contiene un medio de 2% Ac. Nítrico Ultrapuro.

Con respecto a los equipos de análisis para el Analizador de mercurio se usa un equipo Flow Injection Mercury Spectrometry (FIMS) marca Perkin Elmer con un muestreador (autosampler CETAC 520S).

Para el Generador de Hidruros se acopla un VGA 77 accesorio del equipo de Absorción Atómica SPECTRA AA 240 ambos marca VARIAN.

Para el caso del ICP OES se trabaja con un equipo VARIAN y para el caso con ICP MS con un equipo Perkin Elmer ELAN 9000 ambos con su respectivo autosampler CETAC 520 HS, una acotación más es que acerca de los autosampler tienen una capacidad de leer aproximadamente 240 muestras.

7.3 Procedimiento Experimental

Digestión de Filtros:

Está basada en el método EPA I.O 3.1, que se describe a continuación: El filtro *High Vol* se secciona adecuadamente en dos y media tiras del filtro de 1 x 8 pulgadas, se realizan cortes con bisturí en pequeñas secciones, luego se coloca cuidadosamente que no se pierda nada de lo seccionado en un probeta de digestión (en adelante digitube), se agrega 25 mL de la solución extractora (5,55% HNO₃/16,75% HCl) y se hace digestar en el digestor electrónico de 24 posiciones (en adelante hotblock) por 30 minutos a 95 °C, el digestado luego de enfria y se enrasa a 50 mL.

El digestado se filtra en un recipiente plástico de 120 mL con filtro Whatman #42 donde se obtiene una extracción final de 80% del volumen del digestado aproximadamente.

Análisis de Mercurio:

Se hace la adaptación del Método EPA 2457 que es para el análisis de Mercurio en Aguas; se toma 5 mL del extracto filtrado se enrasa en una fiola de 25 mL con agua desionizada, para realizar la pre-reducción del Mercurio contenido en la muestra de ésta dilución se toma 5 mL y se agrega 0,5 mL de HCl 1:1, se agita, seguidamente se agrega 0,1 mL de

BrO_3^- - Br^- se agita nuevamente y se deja reaccionar 30 minutos aproximadamente; alternativamente se toma directamente 5 mL de muestra y también se realiza el mismo procedimiento de pre-reducción para realizar una practica previa para conocer la respuesta de la matriz con el método.

Para el caso de los límites de detección se hacen 7 repeticiones con blancos fortificados de 0,01, 0,02 y 0,05 ppb con 3 blancos reactivos por tres días diferentes.

Para la obtención de datos de incertidumbre se hacen 10 lecturas en tres niveles diferentes de concentración 0,5, 5 y 50 ppb (en adelante nivel bajo, medio y alto respectivamente) con 5 lecturas de blancos reactivos y 5 lecturas de estándares de referencia por tres días distintos.

Inicialmente se analiza la práctica previa antes de hacer la totalidad del desarrollo del procedimiento experimental para optimizar el tiempo de análisis, la interferencia de matriz u otros factores relevantes en el análisis.

Transcurrido el tiempo y cumpliendo correctamente con el procedimiento de manejo del Analizador de Mercurio (FIMS) (Anexo B.1.) se pasa a lectura, se almacena y procesa los resultados.

Análisis de Arsénico por Generación de Hidruros:

Este método es una adaptación de Análisis de Arsénico en Aguas del APHA 3114 A/C para el análisis de extracto de filtros, para la generación de color del arsénico o la pre-reducción de As^{+5} a As^{+3} se procede a tomar 10 mL del extracto del filtro se agrega 1mL de HCl concentrado, luego 1mL de KCl al 11%, hay que resaltar que la variación en el método es que tanto la curva de calibración como los controles de calidad deben poseer el mismo medio del extracto de los filtros y de esa forma al momento de la variación de la sensibilidad de las lecturas en el AAS, no sea relevante en

los resultados, el procedimiento de lectura en el generador de Hidruros acoplado en al AAS, se muestra en el anexo B.2.

De la misma forma se hacen 7 réplicas de blancos dosificados de 0,1 y 0,5 ppb; y 3 blancos reactivos por 3 días diferentes.

Para la incertidumbre se hacen tres niveles de 10 lecturas cada una de 1, 5 y 50 ppb con 5 blancos de reactivo y 5 estándares de referencia con una concentración conveniente en tres días diferentes.

Análisis de Metales por ICP:

Para la lectura la parte física y analítica es menos compleja, pues se toma el extracto del filtro y se coloca a leer directamente en el ICP OES, y para el ICP MS se hace una dilución de 1 en 20 mL de muestra, esto es debido que los iones cloruros provenientes en el extracto de filtro (debido que originalmente proviene de una digestión Ac. Nítrico-Ac. Clorhídrico) interfieren en las lecturas del ICP MS, además que los elementos como el Se, Cu, Sb, Na y As se hacen correcciones con los iones cloruros hasta un máximo de concentración de 100 ppm de Cl^- y los obtenidos en la digestión son mayores a 10 000 ppm, esto haría difícil la corrección interelemental.

Validación Para Métodos Analíticos de ICP:

Se basa principalmente en el Método EPA 200.7 y 200.8 en la que estipula lo siguiente:

Para el caso de los límites de Detección:

- a. Se hacen uso de Blancos fortificados, se toman soluciones de agua Ultrapura (Agua Osmotizada) y el medio respectivo, asignándole concentraciones bajas (a criterio de los límites deseados a obtener) y hacer un registro de intensidad/ Absorbancia/Concentración de lecturas de éstos blancos.

- b. Realizar las lecturas de éstos blancos por siete réplicas, y en tres días diferentes de análisis.
- c. Se halla el límite de detección con la siguiente fórmula:

$$LD = \tau \times s \quad (1)$$

Donde τ es la t de student, para un intervalo de confianza del 99% y un número de muestras $n-1$ (τ para siete réplicas es 3.14); y s es la desviación estándar de las réplicas analizadas.

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

Donde x_i es la lectura de la muestra analizada, \bar{x} es el promedio de las réplicas obtenidas y n es el número de muestras analizadas.

- d. Se considera finalmente si la desviación estándar relativa (RSD) es menor al 10% se deberían considerar nuevamente analizar los límites de detección con una concentración mayor a la inicial.

$$RSD = \frac{s}{\bar{x}} \times 100 \quad (3)$$

Donde s es la desviación estándar de la muestra analizada, \bar{x} es el promedio de las réplicas obtenidas.

- e. Para el límite de cuantificación hay un rango de 3 a 10 veces el límite de detección, en éste caso se usa el factor 5, es decir:

$$LC = 5 \times LD \quad (4)$$

Donde LD es el límite de detección

Para el cálculo de la Incertidumbre se considera lo siguiente:

- a. Se consideran tres niveles de concentración por cada elemento (si en caso se usan estándares multielementales) llamándose nivel inferior, medio y superior: con un total de 30 lecturas por cada nivel, donde se

evaluará diez blancos analíticos y cinco blancos dosificados con concentraciones conocidas por cada nivel.

- b. Se evaluará los resultados considerando la desviación estándares de las 30 réplicas de cada nivel, se pondrá mayor énfasis a la repetitividad, reproducibilidad, precisión, exactitud.
- c. Se discrimina resultados que perjudiquen la regresión o que aumenten el RSD de las lecturas de las muestras.

8. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

8.1 Interpretación de resultados:

Se muestra los resultados por Técnica y Análisis desarrollado por elemento, para los límites de detección se considera el análisis de la solución extractora dosificado (o con concentraciones adicionadas) y para la incertidumbre un filtro en blanco dosificado (filtro con concentraciones de estándares adicionadas) con una pseudo-digestión con la solución extractora.

8.1.1 Interpretación de Resultados del Análisis de Mercurio en Extractos de Filtros

En los resultados de Límites de Detección de Mercurio se hicieron pruebas con tres concentraciones diferentes 0,01; 0,02 y 0,05 en ppb ($\mu\text{g/L}$), en tres días diferentes a continuación se muestra los resultados obtenidos (Cuadro 7). Como se observa las concentraciones bajas obtienen una mayor cantidad de ruido, pues el background (o ruido de fondo instrumental) del equipo no llega a corregir éstas concentraciones bajas, éstas concentraciones son con un medio diluido de 1:5 del extracto original del filtro, la preparación de las alícuotas se procede de la siguiente manera: en una fiola de 50mL se agrega 10mL del medio de extracción de filtro, se adiciona 0,5mL de un estándar de 1ppb de concentración de Mercurio para el caso de la preparación del estándar de 0,01ppb finalmente se completa el volumen con agua ultrapura, de la misma forma se hace la preparación para los estándares de 0,02 y 0,05 ppb se agrega la alícuota proporcionalmente a la concentración que se desea obtener.

De los resultados obtenidos presentes en el cuadro 7 notamos la variabilidad para concentraciones bajas, donde la desviación estándar no nos indica un resultado comparable, ya que en muchos casos los resultados son producto del ruido instrumental, notamos además que para la concentración de 0,05 ppb se obtiene una mayor exactitud y precisión en las lecturas continuas.

Para la incertidumbre se realiza diez lecturas de estándares de 3 niveles, con cinco blancos y cinco estándares de calidad con concentraciones adecuadas por cada nivel, y para este caso será tres niveles (0,5; 5 y 50 $\mu\text{g/L}$) se toma las consideraciones de los límites en hacer alícuotas con medio de 1:5 de dilución para evitar la interferencia de matriz. En una fiola de 100 mL se agrega 20 mL del medio de extracción de filtro luego se adiciona 0,5 mL de un estándar de 100 ppb de Mercurio y finalmente se completa el volumen con agua ultrapura (libre de metales) al nivel de la fiola. De manera similar se prepara las concentraciones para los dos niveles restantes de la incertidumbre.

De los resultados obtenidos en el cuadro 8 permite evaluar correctamente la incertidumbre del método, es decir existe una buena precisión que luego permitirá ser evaluado por medio de la desviación estándar.

Cuadro 7. Datos de Límites de Detección de Mercurio con Medio de Extracción de Filtros en ppb ($\mu\text{g/L}$)

N° Lecturas	DIA 1			DIA 2			DIA 3		
	0,01	0,02	0,05	0,01	0,02	0,05	0,01	0,02	0,05
1	0,009	0,009	0,052	-0,004	0,015	0,053	0,013	-0,007	0,049
2	0,011	0,016	0,045	0,007	0,014	0,054	-0,008	0,015	0,052
3	0,009	0,022	0,048	0,005	0,024	0,048	0,007	0,021	0,053
4	0,008	0,016	0,052	-0,008	0,018	0,052	0,011	0,016	0,048
5	0,000	0,018	0,049	0,009	0,009	0,051	0,015	0,018	0,055
6	0,009	-0,001	0,051	0,004	0,021	0,045	0,001	0,019	0,046
7	0,012	0,019	0,054	0,010	0,015	0,047	-0,003	0,001	0,047
Promedio	0,008	0,014	0,050	0,003	0,017	0,050	0,005	0,012	0,050
Desviación Estándar	0,004	0,008	0,003	0,007	0,005	0,003	0,009	0,011	0,003
Límite de Detección	0,012	0,024	0,009	0,021	0,015	0,011	0,027	0,033	0,011
Límite de Cuantificación	0,061	0,122	0,047	0,106	0,077	0,053	0,136	0,166	0,053

8.1.2 Interpretación de Resultados de Arsénico en Análisis de Extracto de Filtros

Los resultados del límite de detección del Arsénico leído por Generación de Hidruros se muestran en las siguientes tablas, donde se consideran tres posibles concentraciones como límite de detección 0,2; 0,5 y 1,0 ppb ($\mu\text{g/L}$). Como se muestra (ver cuadro 9) las respuestas para las dos concentraciones mas bajas no son tan variables, podría notarse en los promedios de cada uno, pero quien desarrolla una mejor respuesta en el límite de cuantificación es la de concentración de 1.0 $\mu\text{g/L}$.

Los otros resultados nos permiten discriminar concentraciones mas bajas y establecer un adecuado límite de detección.

Para la incertidumbre se muestra (cuadro 10) los resultados obtenidos de los cinco blancos, cinco estándares y 10 lecturas por día (en tres niveles bajo, medio y alto); se consideran las siguientes concentraciones en los tres niveles: 1,0, 10,0 y 50,0 ppb ($\mu\text{g/L}$). Se prepara de la siguiente manera: en una fiola de 100 mL, se agrega 20 mL de medio de extracto de filtros, luego 1 mL de estándar de 100 ppb de Arsénico, con la misma mecánica se prepara los otros dos estándares restantes con los volúmenes y alícuotas de estándar correspondiente.

De los resultados obtenidos, se muestra al igual que en los análisis de mercurio una buena respuesta con una buena precisión, que posteriormente será evaluado con la desviación estándar y los demás factores para incertidumbre del método (errores volumétricos, de analista, etc).

8.1.3 Interpretación de Resultados de Metales pesados en ICP OES (Ca, Mg, Na, K, Ti, Fe)

El ordenamiento de los resultados es más extensa que los análisis anteriores, se consideran seis analitos, otra acotación es que para hallar el límite de detección se realiza un promedio de diez blancos de la solución extractora por día, de esto se analiza la desviación estándar obtenida y seguidamente el límite de detección. Adicionalmente se presenta el límite de cuantificación obtenido (Ver Cuadro 13).

Para el caso de la incertidumbre del método (reafirmando que es una incertidumbre a nivel de laboratorio, mas no de un estudio estadístico del Área de Calidad) se usa estándares multielementales TMRM-1 y TMRM-2 (ver detalles Cuadro 12) adicionando a filtros blancos (sin ser usado) de los cuales se hace las diluciones adecuadas para obtener tres niveles de concentración bajo, medio y alto para los analitos en mención.

Cuadro 8. Lecturas de Mercurio en unidades de ppb ($\mu\text{g/L}$) para el análisis de Incertidumbre.

N° Lecturas	DIA 1			DIA 2			DIA 3		
	Blanco Reactivo	Estándar de Referencia Hg		Blanco Reactivo	Estándar de Referencia Hg		Blanco Reactivo	Estándar de Referencia Hg	
1	0,01	10,05		0,02	10,02		0,02	10,13	
2	-0,02	10,22		0,04	10,11		0,01	10,17	
3	0,03	10,15		0,01	10,04		0,03	10,07	
4	0,02	10,09		0,02	10,17		-0,02	10,21	
5	0,01	10,02		-0,01	10,04		0,01	10,08	
	Bajo	Medio	Alto	Bajo	Medio	Alto	Bajo	Medio	Alto
1	0,53	5,11	50,22	0,49	5,24	50,09	0,57	5,33	50,43
2	0,55	5,09	50,45	0,52	5,31	50,23	0,55	5,08	50,26
3	0,56	5,12	50,23	0,47	5,15	50,35	0,59	5,21	50,38
4	0,58	5,01	50,32	0,46	5,42	50,24	0,56	5,18	50,27
5	0,52	5,14	50,42	0,54	5,09	50,44	0,51	5,11	50,19
6	0,53	5,09	50,21	0,53	5,11	50,18	0,54	5,29	50,21
7	0,50	5,13	51,08	0,48	5,28	51,04	0,55	5,07	51,11
8	0,54	5,00	50,19	0,48	5,21	50,55	0,57	5,37	51,03
9	0,52	5,21	50,34	0,55	5,14	50,32	0,55	5,23	50,68
10	0,51	5,02	50,42	0,51	5,19	50,48	0,52	5,39	50,77
Promedio ($\mu\text{g/L}$)	0,53	5,09	50,39	0,50	5,21	50,39	0,55	5,23	50,53
Valores Teóricos ($\mu\text{g/L}$)	0,50	5,00	50,00	0,50	5,00	50,00	0,50	5,00	50,00
Promedio Blanco y Estándar	0,01	10,11		0,02	10,08		0,01	10,13	
%Recuperación	104,80	101,64	100,76	97,40	103,96	100,75	108,20	104,32	101,05

Cuadro 9. Resultados de Límites de Detección de Arsénico en unidades de ppb ($\mu\text{g/L}$)

N° Replicas	DIA 1			DIA 2			DIA 3		
	0,2	0,5	1,0	0,2	0,5	1,0	0,2	0,5	1,0
1	0,23	0,63	0,99	0,17	0,56	1,09	0,11	0,51	1,02
2	0,31	0,57	1,12	0,22	0,66	1,13	0,23	0,43	0,97
3	0,25	0,59	0,97	0,09	0,54	0,98	0,08	0,49	0,99
4	0,26	0,51	1,00	0,13	0,67	0,99	0,21	0,61	1,11
5	0,18	0,61	1,09	0,11	0,69	1,05	0,26	0,55	1,07
6	0,45	0,58	1,11	0,01	0,45	1,10	0,08	0,48	1,14
7	0,14	0,61	1,07	0,19	0,52	1,00	0,17	0,61	0,98
Promedio ($\mu\text{g/L}$)	0,26	0,59	1,05	0,13	0,58	1,05	0,16	0,53	1,04
Desviación Estándar	0,10	0,04	0,06	0,07	0,09	0,06	0,07	0,07	0,07
Límite Detección ($\mu\text{g/L}$)	0,32	0,12	0,19	0,22	0,28	0,19	0,23	0,21	0,21
Límite Cuantificación ($\mu\text{g/L}$)	1,58	0,61	0,97	1,10	1,42	0,94	1,16	1,06	1,06

Cada nivel de concentración será analizado según la respuesta y se discriminará las concentraciones que no contengan respuestas cuantificables. Un elemento que no se considera pero se usa en la metodología del ICP OES, es el Ytrio que se considera como estándar interno, su resultado es referencial, permite la corrección de volumen si en caso la matriz es compleja. La concentración asignada del Ytrio es de 1 ppm (mg/L), la variación de ésta concentración permite al Software hacer la corrección en línea por lectura de muestra, y asegura los resultados libres de interferentes de matriz. Si la dificultad de la matriz persiste se hace uso de una dilución adecuada con un blanco de la misma matriz.

El Ytrio en mención permite evaluar si la matriz que consideramos es la adecuada que por un efecto de densidad o viscosidad de la matriz permite que ingrese menos o más muestra con respecto a la cantidad de Ytrio que ingresa al nebulizador del ICP OES y esta diferencia se cuantifica obteniéndose valores fuera del $\pm 10\%$ de rango de aceptación (valor asignado por el área de calidad de la empresa), ésta evaluación se hace en línea, es decir que durante la evaluación de resultados al finalizar el trabajo del ICP OES o mientras se evalúa los picos de integración o intensidades obtenidas, aprovechando los beneficios que permite el programa del ICP OES.

Cuadro 10. Resultados de Incertidumbre en tres niveles de concentración, blancos reactivos y estándares de referencia de Arsénico que se realiza en tres días diferentes medidos en unidades de ppb ($\mu\text{g/L}$).

N° Lecturas	DIA 1			DIA 2			DIA 3		
	Blanco Reactivo	Estándar de Referencia As		Blanco Reactivo	Estándar de Referencia As		Blanco Reactivo	Estándar de Referencia As	
1	0,42	4,99		0,43	4,97		0,44	4,92	
2	0,41	4,93		0,38	4,88		0,41	4,99	
3	0,44	4,84		0,39	4,93		0,39	5,08	
4	0,39	5,1		0,37	4,88		0,38	4,89	
5	0,42	4,87		0,39	4,88		0,34	4,95	
Promedio Blanco y Estándar de Referencia de Arsénico	0,42	4,95		0,39	4,91		0,39	4,97	
N° Lecturas	Bajo	Medio	Alto	Bajo	Medio	Alto	Bajo	Medio	Alto
1	1,50	10,07	51,50	1,55	9,88	51,20	1,50	9,89	53,40
2	1,47	10,36	52,30	1,50	9,91	52,10	1,47	9,81	50,80
3	1,48	9,98	51,40	1,47	9,95	51,50	1,44	9,88	52,50
4	1,48	10,00	52,20	1,58	9,97	50,10	1,47	9,93	51,70
5	1,48	9,94	51,90	1,47	9,77	49,90	1,44	9,89	52,20
6	1,49	9,87	51,50	1,45	9,90	51,60	1,48	9,78	52,50
7	1,58	9,87	52,30	1,44	9,88	52,20	1,52	9,79	52,10
8	1,47	9,82	51,20	1,55	9,72	50,90	1,45	9,92	50,40
9	1,45	9,87	51,50	1,45	9,78	50,60	1,44	9,82	51,00
10	1,44	9,99	52,70	1,44	9,97	53,00	1,49	9,91	51,60
Promedio ($\mu\text{g/L}$)	1,48	9,98	51,85	1,49	9,87	51,31	1,47	9,86	51,82
Valores Teóricos ($\mu\text{g/L}$)	1,00	10,00	50,00	1,00	10,00	50,00	1,00	10,00	50,00
%Recuperación	106,80	95,61	102,87	109,80	94,81	101,84	107,80	94,70	102,86

Por ejemplo se desea leer una muestra de agua de mar con un contenido de 10 000 ppm (mg/L) de Sodio aproximadamente, se configura las lecturas en el ICP OES con un estándar interno de Ytrio de 1ppm (mg/L) y se considera los resultados de Calcio, Magnesio, Sodio, Potasio y Aluminio.

Cuadro 11. Resultados de lecturas de agua de Mar en ppm (mg/L)

Elementos	Primera Lectura	Segunda Lectura	Corrección Primera Lectura	Corrección Segunda Lectura
Calcio	109,8674	14,637	131,84088	146,370
Magnesio	36,9798	4,867	44,37576	48,67
Sodio	8987,9766	1002,7261	10785,57192	10027,261
Potasio	476,98	53,9621	572,376	539,621
Aluminio	2,3472	0,3144	2,81664	3,144
Ytrio	0,8554	1,0034	1,02648	

En la primera lectura se muestra un resultado de Ytrio (estándar interno) menor en aproximadamente 20%, en conclusión una lectura no confiable, para la segunda lectura se procede a hacer una dilución de 1:10 de la misma muestra donde se obtiene un mejor resultado del Ytrio, por tanto una lectura con mayor confiabilidad.

Para hacer una comparación de resultados se hace una corrección de todos los elementos de la primera lectura aumentándole 20% de sus resultados originales y a la segunda lectura se multiplica por el factor de dilución. Como se observa es apreciable la similitud de resultados corregidos además que

la disminución de concentración de la primera lectura no sólo afecta al Ytrio, sino a los analitos que se desea cuantificar. De los resultados presentados se cuantificará de los obtenidos por la segunda lectura, que originalmente reportó resultados confiables.

Descripción del cuadro 13: existe una buena reproducibilidad de resultados individualmente por día, los resultados permite una buena evaluación de los límites, además que son resultados sin concentración adicionada, son blancos de solución extractora.

Descripción del cuadro 14: Se realiza la digestión de filtros blancos (sin usarse para muestreo de aire) y se analiza el fondo de filtros que se restará posteriormente a los resultados obtenidos de la incertidumbre del análisis de metales por ICP OES.

Cuadro 12. Concentración de Estándares de patrones multielementales TMRM-1 Y TMRM-2

ELEMENTO	TMRM-1	TMRM-2
Aluminio	200	
Antimonio		100
Arsenico		100
Bario	25	
Berilio	10	
Bismuto	100	
Boro		100
Cadmio	10	
Calcio	5000	
Cromo	25	
Cobalto	25	
Cobre	25	
Hierro	100	
Plomo	50	
Litio	25	
Magnesio	5000	
Manganeso	25	
Molybdeno		25
Niquel	50	
Fosforo		250
Potasio	5000	
Selenio		100
Silicio		100
Plata	10	
Sodio	5000	
Estroncio	25	
Sulfuro		1000
Talio	100	
Estaño		50
Titanio		25
Uranio	0,5	
Vanadio	50	
Zinc	50	

Cuadro 13. Determinación de los límites de detección en ICP OES con la solución extractora de Digestión del Filtro de Aire.

		LECTURAS PRIMER DIA											DESV.	LDM	LDM
Elemento	Longitud de Onda	M1-1	M1-2	M1-3	M1-4	M1-5	M1-6	M1-7	M1-8	M1-9	M1-10	STD.	(mg/L)	(ug/m3)	
Sodio	588,995	0,0959	0,0940	0,0933	0,0924	0,0937	0,0942	0,0958	0,0967	0,0907	0,0972	0,0020	0,0064	0,0133	
Magnesio	383,23	0,0138	0,0135	0,0126	0,0139	0,0128	0,0129	0,0154	0,0124	0,0133	0,0141	0,0009	0,0027	0,0057	
Potasio	766,491	0,3801	0,3417	0,3476	0,3636	0,3706	0,3543	0,3700	0,3687	0,3708	0,3669	0,0119	0,0374	0,0778	
Calcio	317,933	0,4544	0,4905	0,5044	0,6598	0,5706	0,5136	0,5470	0,5793	0,5904	0,4937	0,0608	0,1910	0,3979	
Titanio	336,122	0,0463	0,0562	0,0526	0,0462	0,0457	0,0551	0,0568	0,0466	0,0472	0,0496	0,0045	0,0142	0,0296	
Hierro	258,588	0,1038	0,1016	0,1254	0,1141	0,1190	0,1150	0,1240	0,1246	0,1190	0,1233	0,0085	0,0266	0,0554	
		LECTURAS SEGUNDO DIA											DESV.	LDM	LDM
Elemento	Longitud de Onda	M2-1	M2-2	M2-3	M2-4	M2-5	M2-6	M2-7	M2-8	M2-9	M2-10	STD.	(mg/L)	(ug/m3)	
Sodio	588,995	0,0995	0,0992	0,0941	0,0891	0,0970	0,1027	0,0949	0,0964	0,0921	0,0932	0,0040	0,0125	0,0261	
Magnesio	383,23	0,0255	0,0255	0,0238	0,0253	0,0239	0,0259	0,0254	0,0257	0,0253	0,0250	0,0007	0,0022	0,0047	
Potasio	766,491	0,3690	0,3539	0,3503	0,3508	0,3693	0,3674	0,3777	0,3655	0,3653	0,3802	0,0104	0,0326	0,0680	
Calcio	317,933	0,4370	0,4431	0,3685	0,4132	0,4157	0,4783	0,4807	0,4264	0,4947	0,3986	0,0398	0,1250	0,2604	
Titanio	336,122	0,0573	0,0567	0,0565	0,0658	0,0559	0,0641	0,0606	0,0630	0,0632	0,0652	0,0039	0,0122	0,0255	
Hierro	258,588	0,1262	0,1108	0,1269	0,1194	0,1169	0,1350	0,1389	0,1304	0,1171	0,1209	0,0088	0,0276	0,0575	
		LECTURAS TERCER DIA											DESV.	LDM	LDM
Elemento	Longitud de Onda	M3-1	M3-2	M3-3	M3-4	M3-5	M3-6	M3-7	M3-8	M3-9	M3-10	STD.	(mg/L)	(ug/m3)	
Sodio	588,995	0,1076	0,0988	0,1001	0,0985	0,1048	0,0968	0,0971	0,1076	0,0984	0,1027	0,0041	0,0130	0,0271	
Magnesio	383,23	0,0153	0,0158	0,0154	0,0143	0,0131	0,0128	0,0148	0,0137	0,0155	0,0187	0,0017	0,0052	0,0109	
Potasio	766,491	0,3894	0,3853	0,3678	0,4061	0,4276	0,4473	0,4314	0,4031	0,3914	0,4289	0,0251	0,0789	0,1645	
Calcio	317,933	0,5175	0,4020	0,4374	0,4671	0,4638	0,4813	0,4562	0,4806	0,3811	0,5047	0,0426	0,1338	0,2788	
Titanio	336,122	0,0632	0,0626	0,0623	0,0691	0,0617	0,0673	0,0637	0,0662	0,0632	0,0685	0,0027	0,0086	0,0179	
Hierro	258,588	0,1112	0,1158	0,1108	0,1269	0,1194	0,1029	0,1240	0,1246	0,1190	0,1233	0,0076	0,0239	0,0497	

M1, M2, M3: Muestras asignadas por día de lectura, LDM: Limite de Detección del Método.

Cuadro 14. Promedio de Blancos Reactivos con digestión de Filtros en ICP OES

Aire incertidumbre-filtros	Calcio (ppm)	Hierro (ppm)	Magnesio (ppm)	Potasio (ppm)	Sodio (ppm)	Titanio (ppm)
BK-F	7,9841	0,1375	1,9413	0,1773	3,2421	0,0012
BK-F	7,8061	0,1392	1,8917	0,1739	3,1911	0,0015
BK-F	8,7147	0,1519	2,1359	0,1903	3,5924	0,0019
BK-F	8,4978	0,1325	2,0805	0,1631	3,4039	0,0016
BK-F	8,2611	0,1399	2,0199	0,1626	3,3927	0,0017
BK-F	7,2653	0,1155	1,7634	0,1590	3,0199	0,0021
BK-F	7,3118	0,1170	1,7731	0,1514	3,0481	0,0005
PROMEDIO	7,9773	0,1334	1,9437	0,1682	3,2700	0,0015

Descripción cuadro 15, 16 y 17: Las recuperaciones de las concentraciones agregadas recupera en $\pm 10\%$ de los resultados teóricos, permitiendo evaluar correctamente la incertidumbre.

La observación final de los resultados de los análisis de metales por ICP OES, permitieron ver la robustez del método que diversas concentraciones y permite tener una trazabilidad para la evaluación final.

Estas respuestas de los resultados obtenidos permiten también verificar que el análisis del ICP OES es robusto, pues el análisis realizados es en una curva de calibración en medio Acido nítrico al 2%, mientras que el medio de las lecturas es en una extracción de aproximadamente 30% en HCl y 60% en HNO₃, lo cual no varió ni en el estándar interno, ni en alguna variación de las concentraciones obtenidas.

Finalmente el QCl es un control de lectura del ICP OES que nos permite evaluar los resultados obtenidos, es decir que debe tener una recuperación de $\pm 10\%$ lo cual es otro indicador que evalúa, algún decaimiento de la curva de calibración, algún efecto memoria de la muestra anterior con concentración alta o que finalmente recupere la concentración asignada para verificar el buen comportamiento del equipo, esto puede provenir de alguna desconexión de manguera que están conectadas a los flujos de muestra o estándar interno; quizá alguna baja de presión de Argón o succión errónea del auto muestreador.

Cuadro 15. Lecturas de Incertidumbre del nivel bajo en análisis de Metales en Filtros por ICP OES.

LECTURAS	Calcio (ppm)	Hierro (ppm)	Magnesio (ppm)	Potasio (ppm)	Sodio (ppm)	Titanio (ppm)
L.Bajo-1	3,9407	0,0912	4,6700	4,8063	4,8932	0,0250
L.Bajo-2	4,3611	0,1045	5,1565	5,2501	4,9492	0,0284
L.Bajo-3	2,3208	0,0951	4,7853	4,9472	4,8628	0,0261
L.Bajo-4	4,6139	0,0909	4,9436	5,0261	4,8288	0,0263
L.Bajo-5	5,4317	0,1041	5,1666	5,0173	5,1475	0,0266
L.Bajo-6	5,9468	0,1242	5,0193	5,2729	5,3654	0,0275
L.Bajo-7	6,8207	0,1078	4,9168	5,2540	5,0087	0,0284
L.Bajo-8	4,7757	0,0969	5,2029	5,2216	5,0211	0,0280
L.Bajo-9	4,8905	0,1005	5,1687	5,1798	5,0187	0,0277
L.Bajo-10	4,4857	0,1023	5,0036	5,0700	4,7626	0,0270
L.Bajo-11	5,0474	0,1188	5,1677	5,1696	4,9793	0,0275
L.Bajo-12	4,6682	0,1107	5,1165	5,2499	4,9824	0,0271
L.Bajo-13	5,6044	0,1198	4,7393	5,0612	5,7313	0,0288
L.Bajo-14	5,1717	0,1189	5,3931	5,3631	5,2248	0,0255
L.Bajo-15	5,9058	0,0981	4,7153	5,3145	5,3369	0,0270
L.Bajo-16	5,5517	0,0974	5,0643	5,1762	5,3820	0,0263
L.Bajo-17	3,8534	0,1036	4,8936	5,1108	4,8399	0,0270
L.Bajo-18	2,3048	0,0936	5,0063	4,9515	4,8269	0,0261
L.Bajo-19	4,8559	0,1021	5,1030	5,0991	5,0212	0,0272
L.Bajo-20	6,0610	0,1076	5,1543	5,1993	4,9498	0,0272
L.Bajo-21	6,0121	0,0925	5,3295	5,2121	5,0224	0,0280
L.Bajo-22	3,8473	0,1030	4,7365	4,8911	5,3729	0,0258
L.Bajo-23	4,3387	0,1146	5,0293	5,1217	4,6679	0,0277
L.Bajo-24	3,7745	0,1023	4,9603	5,1726	4,6188	0,0276
L.Bajo-25	3,2016	0,0924	4,8957	4,9412	5,2061	0,0260
L.Bajo-26	2,7209	0,1050	4,8664	5,0929	5,0014	0,0276
L.Bajo-27	2,3065	0,0946	4,7223	4,9516	4,7784	0,0259
L.Bajo-28	4,7864	0,0995	5,1297	5,1712	4,9132	0,0277
L.Bajo-29	4,9935	0,1069	5,2512	5,2317	4,9867	0,0277
L.Bajo-30	5,9854	0,1228	5,2953	5,2486	5,3518	0,0269
Promedio (mg/L)	4,6193	0,1041	5,0201	5,1258	5,0351	0,0270
Valor Teórico (mg/L)	5,0000	0,1000	5,0000	5,0000	5,0000	0,0250
Promedio (ug/m3)	0,4157	0,0094	0,4518	0,4613	0,4532	0,0024
Valor Teórico (ug/m3)	0,4500	0,0090	0,4500	0,4500	0,4500	0,0023
% Recuperación	92,3864	104,0606	100,4020	102,5166	100,7014	108,1906
V. Teórico QC1	50.00000	1.00000	50.00000	50.00000	50.00000	0.25000
QC1	47.88960	0.98810	48.21360	47.99870	47.09600	0.24356
%Recuperación	95.77920	98.80970	96.42720	95.99740	94.19200	97.42200

L.BAJO: Limite Bajo o nivel bajo

Cuadro 16. Lecturas de Incertidumbre del nivel medio en análisis de Metales en Filtros por ICP OES.

LECTURAS	Calcio (ppm)	Hierro (ppm)	Magnesio (ppm)	Potasio (ppm)	Sodio (ppm)	Titanio (ppm)
L.Medio-1	47,0982	0,9823	50,4223	47,6050	50,5716	0,2354
L.Medio-2	49,0350	1,0574	52,7711	51,3904	50,3321	0,2590
L.Medio-3	50,4733	1,0692	54,1431	52,4558	51,3033	0,2673
L.Medio-4	49,3517	1,0650	53,8667	52,4117	51,0217	0,2658
L.Medio-5	51,2645	1,1066	55,3640	53,8174	52,8181	0,2727
L.Medio-6	49,8540	1,0628	53,3737	51,7556	50,9640	0,2614
L.Medio-7	50,6872	1,0579	53,8091	51,9956	51,4863	0,2631
L.Medio-8	50,4245	1,0736	53,5076	51,5616	50,8290	0,2622
L.Medio-9	55,3465	1,1310	57,1735	54,8063	55,0622	0,2784
L.Medio-10	51,0810	1,0657	54,2847	52,3615	51,6547	0,2664
L.Medio-11	51,0086	1,0521	53,7768	51,6372	51,2584	0,2619
L.Medio-12	48,9352	1,0352	52,7382	50,8755	49,9056	0,2586
L.Medio-13	53,5466	1,2268	56,6143	54,4887	54,0927	0,2747
L.Medio-14	48,7661	1,0362	52,4569	50,7854	50,1533	0,2562
L.Medio-15	55,5667	1,1642	57,6515	55,3765	51,3269	0,2807
L.Medio-16	51,3260	1,1369	55,1077	53,5034	52,4251	0,2711
L.Medio-17	49,7606	1,0786	53,8115	52,2713	51,1194	0,2640
L.Medio-18	50,3396	0,9682	49,3572	48,0420	46,5204	0,2421
L.Medio-19	50,1863	0,9742	50,0511	48,8880	47,1626	0,2467
L.Medio-20	49,8744	0,9622	49,4681	48,2331	46,8245	0,2424
L.Medio-21	52,4667	0,9935	50,6987	48,9049	47,8731	0,2479
L.Medio-22	50,5306	1,0652	54,0142	51,9977	51,3334	0,2631
L.Medio-23	50,8476	1,0871	54,6066	52,6917	52,0091	0,2665
L.Medio-24	48,0015	0,9371	48,4391	46,4727	45,9671	0,2349
L.Medio-25	49,1813	1,0273	52,8416	51,1137	50,3446	0,2576
L.Medio-26	47,1544	0,9667	50,5542	48,7512	48,0513	0,2452
L.Medio-27	47,2317	0,9574	49,4473	48,0400	46,8792	0,2410
L.Medio-28	47,6799	1,0404	49,0501	47,5252	46,5412	0,2365
L.Medio-29	49,7330	1,0585	52,9701	51,0018	50,1341	0,2593
L.Medio-30	49,6815	1,0422	52,2893	50,2521	49,6898	0,2539
Promedio (mg/L)	50,2145	1,0494	52,8220	51,0338	50,1885	0,2579
Valor Teórico (mg/L)	50,0000	1,0000	50,0000	50,0000	50,0000	0,2500
Promedio (ug/m3)	4,5193	0,0944	4,7540	4,5930	4,5170	0,0232
Valor Teórico (ug/m3)	0,4500	0,0900	4,5000	4,5000	4,5000	0,0225
% Recuperación	1004,2899	104,9392	105,6440	102,0675	100,3769	103,1466
V. Teorico QC1	50,00000	1,00000	50,00000	50,00000	50,00000	0,25000
QC1	52,09060	1,08300	53,05010	52,62340	51,60630	0,26644
%Recuperación	104,18120	108,30000	106,10020	105,24680	103,21260	106,57720

L. Medio: Límite Medio o nivel medio

Cuadro 17. Lecturas de Incertidumbre del nivel alto en análisis de Metales en Filtros por ICP OES.

LECTURAS	Calcio (ppm)	Hierro (ppm)	Magnesio (ppm)	Potasio (ppm)	Sodio (ppm)	Titanio (ppm)
L.Alto-1	525,25	10,73	470,46	486,49	520,61	2,65
L.Alto-2	518,45	10,67	469,19	484,26	514,22	2,63
L.Alto-3	504,35	10,38	467,70	482,80	500,72	2,55
L.Alto-4	487,07	10,01	465,24	480,55	483,10	2,47
L.Alto-5	509,74	10,46	466,65	482,07	507,32	2,58
L.Alto-6	507,08	10,43	468,79	485,53	508,71	2,58
L.Alto-7	496,04	10,15	464,73	479,57	492,79	2,52
L.Alto-8	511,54	10,48	468,95	484,81	506,86	2,61
L.Alto-9	525,91	10,71	474,45	491,05	522,94	2,67
L.Alto-10	549,28	10,22	473,55	489,78	498,40	2,80
L.Alto-11	549,29	10,21	472,08	485,84	494,13	2,79
L.Alto-12	573,06	10,67	476,36	490,81	517,26	2,91
L.Alto-13	585,53	10,83	478,16	491,93	524,98	2,97
L.Alto-14	553,36	10,34	472,80	489,01	506,13	2,84
L.Alto-15	565,02	10,57	474,47	490,71	515,48	2,90
L.Alto-16	567,82	10,52	474,59	485,47	506,83	2,87
L.Alto-17	568,97	10,59	475,37	488,96	512,64	2,90
L.Alto-18	557,66	10,42	475,84	488,64	501,89	2,84
L.Alto-19	570,71	10,66	475,16	489,25	518,16	2,91
L.Alto-20	534,35	9,99	472,56	487,84	489,45	2,73
L.Alto-21	552,91	10,31	474,62	489,51	501,19	2,81
L.Alto-22	538,38	10,07	472,78	488,43	491,03	2,76
L.Alto-23	506,16	10,41	467,48	481,66	503,86	2,58
L.Alto-24	498,47	10,28	471,92	486,06	500,52	2,55
L.Alto-25	526,79	10,87	472,36	486,73	529,43	2,70
L.Alto-26	505,16	10,42	468,04	480,02	503,55	2,58
L.Alto-27	521,88	10,66	471,68	484,20	519,37	2,66
L.Alto-28	532,65	10,92	472,40	486,14	531,86	2,72
L.Alto-29	487,07	10,01	492,33	483,41	483,10	2,47
L.Alto-30	496,04	10,15	491,99	492,95	492,79	2,52
Promedio (mg/L)	530,8661	10,4380	473,0894	486,4822	506,6438	2,7027
Valor Teórico (mg/L)	500,0000	10,0000	500,0000	500,0000	500,0000	2,5000
Promedio (ug/m3)	47,7780	0,9394	42,5780	43,7834	45,5979	0,2432
Valor Teórico (ug/m3)	45,0000	0,9000	45,0000	45,0000	45,0000	0,2250
% Recuperación	106,1732	104,3800	94,6179	97,2964	101,3288	108,1080
V. Teórico QC1	50,00000	1,00000	50,00000	50,00000	50,00000	0,25000
QC1	49,85670	1,03077	50,88620	50,01490	49,10200	0,25556
%Recuperación	99,71340	103,07700	101,77240	100,02980	98,20400	102,22280

L.ALTO: Límite Alto o nivel alto

8.1.4 Interpretación de Resultados de Metales pesados en ICP MS (Li, Be, B, V, Co, Cu, Cr, Mn, Se, Al, Mo, Sn, Zn, Ni, Sr, Cd, Ba, Tl, Pb, U, Bi, Sb, Ag)

La matriz tiene un medio de 1:20 de dilución, permite la dilución de iones cloruros provenientes de la digestión de Ac. Nitrico- Ac. Clorhidrico. Es importante considerar que para la técnica de ICP MS los iones cloruros interfieren en la selección de masas del Cobre y Vanadio, por esto se muestra dos líneas Isomásicas de cada uno.

Para el caso del Cadmio y Zinc, éstos con sales de calcio y sodio forman complejos poliatómicos según la matriz, y por defecto la metodología permite dos líneas isomásicas de cada uno.

Los elementos: Litio (con masa 6), Escandio, Ytrio, Indio, Renio y Torio son considerados como estándar interno, y tienen asignados una concentración de 0,01 ppm (mg/L) y función es la misma que el Ytrio (descrito en 9.1.3) hacer la corrección en línea de la matriz según la concentración de la muestra. Esta corrección la realiza según el elemento y la masa cercana a la que se encuentre, por ejemplo el Litio tiene masa 6, por tanto permite hacer la corrección de la matriz al Litio de masa 7, Berilio de masa 9 y Boro de masa 11.

Todo elemento considerado en las tablas siguientes que contengan “#” es referido a un elemento Isomásico, éstas designaciones ayuda al programa del ICP-MS a considerar dos opciones según la muestra leída, muchas de éstas pueden contener un interferente químico, por ejemplo se podría leer una muestra con alto contenido de Cromo, por tanto ésta puede

interferir en forma poliatómica al Arsénico en masa 52, pero opcionalmente puede tomar la masa 53. De la misma manera se considera el Vanadio y Cadmio que por motivo de configuración se adiciona un “#” para diferenciar de la masa tomada originalmente.

Descripción Cuadros 18, 19 y 20: en los tres cuadros se describen las lecturas de los blancos por 10 lecturas de cada día para la determinación del límite de detección del método, a diferencia del ICP OES existen mayor dispersión de resultados, aproximadamente el 80 % de los resultados en los analitos existe mucha variabilidad de resultados entre cada día, los resultados tendrán una mejor evaluación, posiblemente se proceda a agregar concentraciones representativas para la obtención de un mejor límite de detección, tomando en cuenta la desviación estándar de los resultados y la matriz de trabajo.

Descripción Cuadro 21: Se presenta la lectura de blancos de filtros (filtros sin uso de monitoreo) para considerar las concentraciones obtenidas en el cálculo de la incertidumbre del método

Descripción Cuadros 22-33: Se presenta los resultados en los tres niveles de concentración en los que se observa que en algunos analitos principalmente para el nivel bajo exceden el $\pm 10\%$ de recuperación, para éste se tendría que discriminar adecuadamente algunos valores que se encuentren fuera de las concentraciones que se desean obtener o lo consiguiente sería reevaluar los resultados cambiando con una concentración más alta.

Cuadro 18. Resultados de Límites de Detección en blancos de filtro por ICP MS; lecturas del primer día en ppm (mg/L)

		LECTURAS DE PRIMER DIA												
Elemento	N° Masa	M1-1	M1-2	M1-3	M1-4	M1-5	M1-6	M1-7	M1-8	M1-9	M1-10	DESVEST	LDM (mg/L)	LDM (ug/m3)
Litio	7	0,02471	0,02251	0,02509	0,02586	0,02320	0,02513	0,02577	0,02357	0,02357	0,02271	0,00125	0,00392	0,00816
Berilio	9	0,00207	0,00179	0,00190	0,00217	0,00206	0,00197	0,00188	0,00196	0,00185	0,00262	0,00024	0,00074	0,00154
Boro	11	0,04312	0,04643	0,04290	0,04352	0,03712	0,04312	0,03971	0,04473	0,03971	0,03889	0,00292	0,00916	0,01908
Aluminio	27	0,05002	0,05108	0,04921	0,04755	0,05040	0,04959	0,04907	0,05016	0,04638	0,04703	0,00156	0,00490	0,01020
Vanadio	51	0,15138	0,16471	0,17304	0,15090	0,17791	0,17085	0,16847	0,16251	0,17712	0,15304	0,01032	0,03240	0,06750
Vanadio#	51	0,02490	0,02264	0,02491	0,02804	0,02684	0,02821	0,02909	0,02661	0,02622	0,02467	0,00196	0,00617	0,01285
Cromo	52	0,02139	0,02406	0,02450	0,02428	0,02015	0,02204	0,02325	0,02332	0,02416	0,02452	0,00150	0,00471	0,00980
Manganeso	55	0,00089	0,00092	0,00083	0,00086	0,00098	0,00095	0,00112	0,00086	0,00097	0,00095	0,00008	0,00026	0,00055
Cobalto	59	0,00068	0,00060	0,00070	0,00069	0,00070	0,00074	0,00068	0,00067	0,00054	0,00068	0,00006	0,00018	0,00036
Niquel	60	0,00240	0,00189	0,00209	0,00176	0,00144	0,00198	0,00191	0,00177	0,00178	0,00193	0,00025	0,00078	0,00162
Cobre	63	0,00192	0,00193	0,00197	0,00199	0,00183	0,00155	0,00194	0,00182	0,00176	0,00185	0,00013	0,00041	0,00085
Cobre	65	0,00252	0,00223	0,00234	0,00207	0,00210	0,00185	0,00187	0,00184	0,00209	0,00174	0,00025	0,00077	0,00161
Zinc	66	0,01938	0,02021	0,01960	0,01974	0,01989	0,01870	0,01850	0,02102	0,01918	0,01964	0,00073	0,00228	0,00475
Zinc	68	0,02450	0,02886	0,02360	0,02584	0,02623	0,02728	0,02713	0,02811	0,02675	0,02871	0,00172	0,00540	0,01125
Selenio	82	0,02251	0,01913	0,02047	0,01950	0,01843	0,02332	0,02265	0,01905	0,01793	0,01825	0,00200	0,00629	0,01311
Estroncio	88	0,00108	0,00099	0,00102	0,00110	0,00101	0,00093	0,00099	0,00100	0,00112	0,00096	0,00006	0,00020	0,00041
Molibdeno	95	0,00085	0,00107	0,00105	0,00099	0,00102	0,00092	0,00090	0,00092	0,00095	0,00090	0,00007	0,00023	0,00047
Plata	107	0,00055	0,00070	0,00077	0,00074	0,00078	0,00069	0,00070	0,00072	0,00067	0,00067	0,00006	0,00020	0,00042
Cadmio	111	0,00187	0,00145	0,00167	0,00166	0,00176	0,00164	0,00159	0,00186	0,00168	0,00167	0,00012	0,00039	0,00081
Cadmio#	111	0,00164	0,00177	0,00169	0,00184	0,00152	0,00192	0,00168	0,00167	0,00165	0,00160	0,00012	0,00037	0,00076
Estaño	118	0,00215	0,00215	0,00194	0,00195	0,00218	0,00167	0,00209	0,00205	0,00170	0,00181	0,00019	0,00060	0,00124
Antimonio	121	0,01138	0,01175	0,01047	0,01082	0,01050	0,01025	0,01158	0,00985	0,01030	0,01178	0,00070	0,00220	0,00458
Bario	138	0,00112	0,00103	0,00098	0,00099	0,00104	0,00102	0,00108	0,00098	0,00099	0,00103	0,00005	0,00015	0,00031
Talio	205	0,00180	0,00198	0,00185	0,00194	0,00159	0,00178	0,00188	0,00202	0,00191	0,00183	0,00012	0,00038	0,00080
Plomo	208	0,00114	0,00085	0,00096	0,00074	0,00097	0,00092	0,00075	0,00084	0,00078	0,00082	0,00012	0,00039	0,00081
Bismuto	209	0,00248	0,00236	0,00239	0,00251	0,00240	0,00236	0,00268	0,00261	0,00261	0,00239	0,00012	0,00038	0,00078
Uranio	238	0,00093	0,00094	0,00089	0,00091	0,00093	0,00098	0,00093	0,00100	0,00088	0,00096	0,00004	0,00012	0,00025

Cuadro 19. Resultados de Límites de Detección en blancos de filtro por ICP MS; lecturas del segundo día en ppm (mg/L)

Elemento	N°Masa	LECTURAS DE SEGUNDO DIA										DESVEST	LDM (mg/L)	LDM (ug/m3)
		M2-1	M2-2	M2-3	M2-4	M2-5	M2-6	M2-7	M2-8	M2-9	M2-10			
Litio	7	0,02472	0,02714	0,02650	0,02397	0,02496	0,02597	0,02297	0,02756	0,02514	0,02424	0,00146	0,00458	0,00954
Berilio	9	0,00224	0,00198	0,00201	0,00203	0,00243	0,00226	0,00256	0,00229	0,00266	0,00201	0,00024	0,00077	0,00160
Boro	11	0,03717	0,04077	0,03636	0,03407	0,03525	0,03850	0,04035	0,03272	0,03538	0,03889	0,00267	0,00839	0,01748
Aluminio	27	0,04067	0,03432	0,03351	0,03682	0,03274	0,03676	0,03399	0,03951	0,03931	0,03598	0,00276	0,00868	0,01808
Vanadio	51	0,17131	0,16463	0,15971	0,17972	0,17569	0,18431	0,15971	0,18247	0,18025	0,17131	0,00914	0,02869	0,05977
Vanadio#	51	0,02467	0,02419	0,02681	0,02471	0,02538	0,02726	0,02491	0,02520	0,02732	0,02651	0,00117	0,00366	0,00763
Cromo	52	0,01574	0,01813	0,01901	0,01991	0,02021	0,01893	0,01983	0,01947	0,01972	0,01992	0,00133	0,00417	0,00869
Manganeso	55	0,00065	0,00061	0,00061	0,00048	0,00070	0,00065	0,00055	0,00058	0,00074	0,00065	0,00007	0,00023	0,00048
Cobalto	59	0,00085	0,00078	0,00074	0,00079	0,00075	0,00078	0,00070	0,00070	0,00073	0,00060	0,00007	0,00021	0,00045
Niquel	60	0,00165	0,00193	0,00193	0,00201	0,00192	0,00168	0,00166	0,00180	0,00182	0,00175	0,00013	0,00041	0,00084
Cobre	63	0,00166	0,00130	0,00163	0,00143	0,00135	0,00155	0,00119	0,00156	0,00157	0,00154	0,00015	0,00048	0,00101
Cobre	65	0,00135	0,00150	0,00122	0,00137	0,00123	0,00152	0,00146	0,00118	0,00142	0,00148	0,00012	0,00039	0,00082
Zinc	66	0,01931	0,01891	0,01991	0,02023	0,02029	0,01981	0,02180	0,01834	0,01895	0,01895	0,00099	0,00311	0,00647
Zinc	68	0,02595	0,02346	0,02412	0,02502	0,02500	0,02738	0,02324	0,02499	0,02602	0,02523	0,00124	0,00390	0,00812
Selenio	82	0,01798	0,01843	0,02058	0,01953	0,01948	0,01991	0,01969	0,01825	0,01843	0,02071	0,00098	0,00307	0,00640
Estroncio	88	0,00103	0,00099	0,00095	0,00099	0,00108	0,00107	0,00096	0,00109	0,00121	0,00114	0,00008	0,00025	0,00053
Molibdeno	95	0,00088	0,00096	0,00078	0,00092	0,00087	0,00090	0,00094	0,00091	0,00082	0,00095	0,00006	0,00018	0,00038
Plata	107	0,00059	0,00067	0,00066	0,00069	0,00064	0,00066	0,00062	0,00066	0,00066	0,00064	0,00003	0,00009	0,00019
Cadmio	111	0,00182	0,00180	0,00189	0,00203	0,00205	0,00175	0,00165	0,00176	0,00214	0,00203	0,00016	0,00051	0,00105
Cadmio	111	0,00158	0,00178	0,00178	0,00177	0,00148	0,00164	0,00192	0,00171	0,00178	0,00166	0,00012	0,00039	0,00081
Estaño	118	0,00159	0,00162	0,00144	0,00153	0,00150	0,00146	0,00166	0,00140	0,00175	0,00149	0,00011	0,00034	0,00072
Antimonio	121	0,00951	0,00925	0,01025	0,01025	0,01085	0,00905	0,01090	0,00990	0,01053	0,01147	0,00078	0,00244	0,00509
Bario	138	0,00097	0,00090	0,00090	0,00088	0,00088	0,00094	0,00088	0,00094	0,00095	0,00092	0,00003	0,00010	0,00020
Talio	205	0,00191	0,00172	0,00178	0,00199	0,00203	0,00190	0,00205	0,00170	0,00171	0,00176	0,00014	0,00043	0,00090
Plomo	208	0,00094	0,00084	0,00082	0,00084	0,00081	0,00080	0,00086	0,00081	0,00095	0,00104	0,00008	0,00025	0,00053
Bismuto	209	0,00227	0,00208	0,00271	0,00250	0,00221	0,00244	0,00230	0,00248	0,00247	0,00236	0,00018	0,00056	0,00117
Uranio	238	0,00084	0,00096	0,00086	0,00090	0,00089	0,00087	0,00087	0,00078	0,00085	0,00082	0,00005	0,00016	0,00033

Cuadro 20. Resultados de Límites de Detección en blancos de filtro por ICP MS; lecturas del tercer día en ppm (mg/L)

Elemento	N°Masa	LECTURAS DE TERCER DIA										DESVEST	LDM (mg/L)	LDM (ug/m3)
		M3-1	M3-2	M3-3	M3-4	M3-5	M3-6	M3-7	M3-8	M3-9	M3-10			
Litio	7	0,02547	0,02862	0,02518	0,02926	0,02427	0,02632	0,02793	0,02925	0,02645	0,02057	0,00267	0,00840	0,01750
Berilio	9	0,00187	0,00191	0,00198	0,00215	0,00192	0,00232	0,00180	0,00234	0,00209	0,00216	0,00019	0,00059	0,00122
Boro	11	0,03372	0,03698	0,03298	0,02803	0,03045	0,03666	0,03843	0,03116	0,03370	0,03889	0,00360	0,01132	0,02358
Aluminio	27	0,05460	0,05050	0,04880	0,04714	0,04453	0,04745	0,04918	0,05170	0,04617	0,04824	0,00289	0,00907	0,01890
Vanadio	51	0,13198	0,15043	0,14465	0,13971	0,13971	0,15971	0,14513	0,15129	0,14971	0,16850	0,01049	0,03295	0,06864
Vanadio#	51	0,02668	0,02187	0,02811	0,02709	0,02746	0,02726	0,02810	0,02571	0,02533	0,02580	0,00185	0,00580	0,01208
Cromo	52	0,02355	0,02544	0,02342	0,02494	0,02384	0,02208	0,02292	0,02377	0,02378	0,02351	0,00094	0,00295	0,00614
Manganeso	55	0,00106	0,00111	0,00115	0,00106	0,00119	0,00122	0,00114	0,00142	0,00111	0,00107	0,00011	0,00033	0,00070
Cobalto	59	0,00099	0,00093	0,00095	0,00086	0,00090	0,00083	0,00089	0,00080	0,00099	0,00084	0,00007	0,00021	0,00043
Niquel	60	0,00195	0,00155	0,00189	0,00203	0,00186	0,00179	0,00186	0,00183	0,00172	0,00185	0,00013	0,00041	0,00085
Cobre	63	0,00185	0,00186	0,00176	0,00203	0,00204	0,00190	0,00201	0,00202	0,00173	0,00204	0,00012	0,00037	0,00078
Cobre	65	0,00176	0,00204	0,00194	0,00203	0,00211	0,00209	0,00207	0,00195	0,00192	0,00182	0,00012	0,00037	0,00077
Zinc	66	0,02162	0,02105	0,02155	0,02107	0,02097	0,02029	0,02026	0,02107	0,01808	0,01975	0,00105	0,00331	0,00690
Zinc	68	0,02716	0,02719	0,02703	0,02878	0,02904	0,02724	0,02691	0,02700	0,02581	0,02732	0,00093	0,00292	0,00608
Selenio	82	0,01850	0,01963	0,01619	0,01960	0,01860	0,01855	0,01800	0,01989	0,02045	0,01784	0,00124	0,00388	0,00809
Estroncio	88	0,00102	0,00107	0,00112	0,00111	0,00108	0,00109	0,00114	0,00104	0,00094	0,00101	0,00006	0,00019	0,00040
Molibdeno	95	0,00094	0,00101	0,00098	0,00095	0,00094	0,00107	0,00120	0,00107	0,00097	0,00098	0,00008	0,00025	0,00053
Plata	107	0,00074	0,00081	0,00089	0,00088	0,00090	0,00093	0,00087	0,00091	0,00083	0,00088	0,00006	0,00018	0,00037
Cadmio	111	0,00186	0,00195	0,00193	0,00186	0,00171	0,00187	0,00168	0,00211	0,00204	0,00204	0,00014	0,00044	0,00091
Cadmio	111	0,00178	0,00172	0,00172	0,00176	0,00170	0,00161	0,00185	0,00179	0,00190	0,00167	0,00009	0,00027	0,00056
Estaño	118	0,00206	0,00222	0,00187	0,00202	0,00223	0,00223	0,00189	0,00185	0,00195	0,00200	0,00015	0,00047	0,00097
Antimonio	121	0,00926	0,01123	0,01252	0,01123	0,01011	0,01104	0,00867	0,00951	0,00930	0,00870	0,00129	0,00404	0,00842
Bario	138	0,00126	0,00101	0,00105	0,00096	0,00095	0,00097	0,00099	0,00102	0,00099	0,00101	0,00009	0,00028	0,00059
Talio	205	0,00163	0,00167	0,00166	0,00147	0,00145	0,00133	0,00142	0,00161	0,00132	0,00151	0,00013	0,00041	0,00086
Plomo	208	0,00094	0,00109	0,00104	0,00099	0,00098	0,00093	0,00088	0,00112	0,00098	0,00097	0,00007	0,00023	0,00048
Bismuto	209	0,00269	0,00267	0,00271	0,00275	0,00285	0,00254	0,00269	0,00308	0,00293	0,00262	0,00016	0,00050	0,00105
Uranio	238	0,00116	0,00114	0,00107	0,00111	0,00101	0,00101	0,00104	0,00115	0,00104	0,00100	0,00006	0,00019	0,00040

Cuadro 21. Promedio de Blancos Reactivos con digestión de Filtros en ICP MS

Elemento Masa	Litio 7	Berilio 9	Boro 11	Aluminio 27	Vanadio 51	Cromo 52	Manganeso 55	Cobalto 59	Niquel 60	Cobre 63	Zinc 66	Selenio 77	Estroncio 88
BK-LB	0,00032	0,00000	0,00205	0,00237	0,00004	0,00039	0,00018	0,00000	0,00001	0,00005	0,00082	-0,00110	0,00042
BK-LM	0,00032	0,00000	0,00217	0,00078	0,00073	0,00039	0,00017	0,00000	0,00002	0,00007	0,00080	-0,00015	0,00036
BK-LM	0,00015	0,00000	0,00206	-0,00052	0,00093	0,00037	0,00017	0,00000	0,00002	0,00006	0,00064	-0,00023	0,00042
BK-LA	0,00013	0,00000	0,00184	-0,00876	0,00119	0,00043	0,00024	0,00000	0,00014	0,00011	0,00104	-0,00027	0,00037
BK-LA	0,00009	0,00000	0,00186	0,00172	0,00129	0,00044	0,00016	0,00000	0,00001	0,00005	0,00064	-0,00025	0,00038
PROMEDIO	0,00020	0,00000	0,00199	-0,00088	0,00083	0,00040	0,00019	0,00000	0,00004	0,00007	0,00079	-0,00040	0,00039

Elemento Masa	Molibdeno 95	Plata 107	Cadmio 111	Estaño 118	Antimonio 121	Bario 138	Talio 205	Plomo 208	Bismuto 209	Uranio 238
BK-LB	-0,00002	0,00000	0,00000	0,00001	-0,00002	0,00088	0,00000	0,00006	0,00005	0,000018
BK-LM	-0,00003	0,00000	0,00000	0,00007	-0,00006	0,00091	0,00000	0,00013	-0,00002	0,000013
BK-LM	-0,00003	0,00000	0,00000	0,00005	-0,00008	0,00098	0,00000	0,00007	-0,00004	0,000017
BK-LA	-0,00003	0,00000	0,00000	0,00009	-0,00011	0,00087	0,00000	0,00010	-0,00004	0,000015
BK-LA	-0,00004	0,00000	0,00000	0,00001	-0,00011	0,00093	0,00000	0,00003	-0,00005	0,000016
PROMEDIO	-0,00003	0,00000	0,00000	0,00004	-0,00008	0,00091	0,00000	0,00008	-0,00002	0,000016

Cuadro 22. Lecturas de Incertidumbre de los tres niveles análisis de Metales en Filtros por ICP MS. Lecturas de Nivel Bajo en orden ascendente de masas de Litio a Selenio.

Elemento	Litio	Berilio	Boro	Aluminio	Vanadio	Cromo	Manganeso	Cobalto	Niquel	Cobre	Zinc	Selenio
Masa	7	9	11	27	51	52	55	59	60	63	66	77
L.Bajo-1	0,03031	0,01071	0,09209	0,20436	0,04632	0,02874	0,02793	0,02748	0,05306	0,02839	0,05253	0,10181
L.Bajo-2	0,03137	0,01091	0,09139	0,27274	0,04292	0,02864	0,02826	0,02668	0,05323	0,02831	0,04933	0,10330
L.Bajo-3	0,02926	0,01123	0,09269	0,21135	0,04102	0,02821	0,02935	0,02654	0,05171	0,02983	0,05834	0,10802
L.Bajo-4	0,03373	0,01145	0,09091	0,26002	0,04461	0,02739	0,02857	0,02685	0,05421	0,02907	0,06206	0,10505
L.Bajo-5	0,03042	0,01172	0,08885	0,21152	0,04611	0,02708	0,02821	0,02665	0,05224	0,02903	0,05321	0,10736
L.Bajo-6	0,02719	0,01068	0,08619	0,24091	0,04247	0,02697	0,02705	0,02653	0,05158	0,02799	0,05537	0,10523
L.Bajo-7	0,03359	0,01150	0,13034	0,21152	0,04428	0,02731	0,02750	0,02697	0,05537	0,02811	0,05234	0,10585
L.Bajo-8	0,03239	0,01106	0,12604	0,20898	0,04328	0,02779	0,02819	0,02685	0,05407	0,02863	0,05817	0,10809
L.Bajo-9	0,03324	0,01121	0,12157	0,23317	0,04435	0,02840	0,02830	0,02667	0,05383	0,02787	0,05018	0,10330
L.Bajo-10	0,02852	0,01118	0,11495	0,19335	0,04270	0,02790	0,02741	0,02529	0,05042	0,02744	0,04789	0,10564
L.Bajo-11	0,02834	0,01121	0,11804	0,02663	0,03950	0,02789	0,02772	0,02609	0,05246	0,02810	0,05127	0,10742
L.Bajo-12	0,02731	0,01077	0,11664	0,26238	0,04394	0,02687	0,02805	0,02630	0,05188	0,02819	0,04876	0,10816
L.Bajo-13	0,02963	0,01056	0,11926	0,19937	0,04085	0,02708	0,02898	0,02592	0,05307	0,03006	0,05466	0,10668
L.Bajo-14	0,03212	0,01156	0,11730	0,22058	0,04444	0,02915	0,02883	0,02686	0,05328	0,02844	0,06321	0,11190
L.Bajo-15	0,02903	0,01103	0,12171	0,23923	0,04492	0,02864	0,02854	0,02661	0,05157	0,02905	0,05448	0,10314
L.Bajo-16	0,02748	0,01105	0,11414	0,23982	0,04329	0,02749	0,02794	0,02635	0,05496	0,02933	0,05586	0,10191
L.Bajo-17	0,02825	0,01169	0,11515	0,26248	0,04503	0,02912	0,02788	0,02647	0,05181	0,02785	0,05246	0,10516
L.Bajo-18	0,03280	0,01145	0,11868	0,23036	0,04486	0,02982	0,02900	0,02703	0,05266	0,02871	0,06070	0,09836
L.Bajo-19	0,02927	0,01173	0,12672	0,21457	0,04447	0,02702	0,02877	0,02757	0,05419	0,02850	0,05164	0,10670
L.Bajo-20	0,03150	0,01118	0,11756	0,18566	0,04152	0,02794	0,02779	0,02565	0,05143	0,02766	0,04808	0,10383

Cuadro 23. Continuación de número de lecturas de Nivel bajo de Litio a Estroncio de Incertidumbre de Análisis de Metales por ICP MS

Elemento	Litio	Berilio	Boro	Aluminio	Vanadio	Cromo	Manganeso	Cobalto	Niquel	Cobre	Zinc	Selenio
Masa	7	9	11	27	51	52	55	59	60	63	66	77
L.Bajo-21	0,02584	0,01150	0,11257	0,27234	0,04156	0,02815	0,02890	0,02662	0,05296	0,02786	0,05507	0,10377
L.Bajo-22	0,02661	0,01100	0,11408	0,28077	0,03993	0,02832	0,02897	0,02690	0,05312	0,02791	0,05171	0,10423
L.Bajo-23	0,02704	0,01080	0,11589	0,18643	0,04749	0,02815	0,02893	0,02561	0,05319	0,02969	0,05648	0,10106
L.Bajo-24	0,02901	0,01114	0,12096	0,24118	0,04964	0,02853	0,02893	0,02675	0,05519	0,02916	0,06363	0,09920
L.Bajo-25	0,02652	0,01164	0,11327	0,22764	0,04607	0,02834	0,02819	0,02675	0,05317	0,02879	0,05432	0,10697
L.Bajo-26	0,02832	0,01072	0,11002	0,22667	0,04371	0,02717	0,02777	0,02622	0,05357	0,02938	0,05669	0,09806
L.Bajo-27	0,02583	0,01172	0,11092	0,24477	0,04406	0,02864	0,02814	0,02578	0,05363	0,02816	0,05377	0,10637
L.Bajo-28	0,02532	0,01128	0,11825	0,23463	0,04554	0,02882	0,02897	0,02728	0,05485	0,02926	0,06041	0,10527
L.Bajo-29	0,02652	0,01151	0,11557	0,22945	0,04248	0,02813	0,02871	0,02663	0,05306	0,02872	0,05314	0,10829
L.Bajo-30	0,02532	0,01049	0,11190	0,21527	0,04779	0,02804	0,02744	0,02577	0,05116	0,02699	0,04801	0,10490
PROMEDIO (mg/L)	0,02907	0,01119	0,11212	0,22294	0,04397	0,02806	0,02831	0,02652	0,05303	0,02855	0,05446	0,10483
V. TEORICO	0,02500	0,01000	0,10000	0,20000	0,05000	0,02500	0,02500	0,02500	0,05000	0,02500	0,05000	0,10000
PROMEDIO (ug/L)	0,00262	0,00101	0,01009	0,02006	0,00396	0,00253	0,00255	0,00239	0,00477	0,00257	0,00490	0,00944
V. TEORICO	0,00225	0,00090	0,00900	0,01800	0,00450	0,00225	0,00225	0,00225	0,00450	0,00225	0,00450	0,00900
% RECUPERACION	116,27836	111,90184	112,12247	111,46921	87,94466	112,23304	113,23075	106,09026	106,06217	114,19387	108,91932	104,83388

Cuadro 24. Lecturas de ICP MS de analitos de nivel bajo. Continuando con las lecturas ascendentes según la masa atómica de Estroncio a Uranio.

Elemento Masa	Estroncio 88	Molibdeno 95	Plata 107	Cadmio 111	Estaño 118	Antimonio 121	Bario 138	Talio 205	Plomo 208	Bismuto 209	Uranio 238
L.Bajo-1	0,02564	0,02546	0,00994	0,00994	0,05421	0,09807	0,02243	0,09650	0,04866	0,10485	0,00050
L.Bajo-2	0,02606	0,02546	0,01011	0,01042	0,05243	0,09909	0,02759	0,09844	0,04764	0,10979	0,00052
L.Bajo-3	0,02777	0,02590	0,01025	0,01059	0,05095	0,09723	0,02688	0,09843	0,05376	0,10857	0,00069
L.Bajo-4	0,02648	0,02527	0,01046	0,01114	0,05135	0,09787	0,02740	0,09882	0,04935	0,10979	0,00060
L.Bajo-5	0,02714	0,02531	0,01014	0,01042	0,05001	0,09708	0,02893	0,09733	0,04920	0,10772	0,00058
L.Bajo-6	0,02626	0,02401	0,01012	0,01028	0,05154	0,09616	0,02826	0,09570	0,04740	0,10560	0,00056
L.Bajo-7	0,02735	0,02628	0,01034	0,01036	0,05078	0,10470	0,02651	0,09811	0,04855	0,11243	0,00062
L.Bajo-8	0,02744	0,02631	0,01053	0,01104	0,05395	0,10189	0,02720	0,10198	0,04883	0,11280	0,00063
L.Bajo-9	0,02687	0,02486	0,01038	0,00987	0,05081	0,09972	0,02722	0,09936	0,05163	0,10998	0,00059
L.Bajo-10	0,02630	0,02518	0,01002	0,01003	0,04842	0,09627	0,02822	0,09591	0,04763	0,10688	0,00064
L.Bajo-11	0,02478	0,02560	0,01031	0,00970	0,05252	0,09834	0,02331	0,09957	0,04737	0,10896	0,00057
L.Bajo-12	0,02585	0,02525	0,01018	0,01078	0,05415	0,09655	0,02860	0,09768	0,04846	0,10921	0,00057
L.Bajo-13	0,02730	0,02382	0,01015	0,01027	0,04907	0,09592	0,02724	0,09613	0,05305	0,10684	0,00052
L.Bajo-14	0,02654	0,02514	0,01038	0,00975	0,05049	0,09741	0,02781	0,09566	0,04641	0,10627	0,00049
L.Bajo-15	0,02696	0,02505	0,01026	0,01113	0,05278	0,09489	0,02952	0,09292	0,04668	0,10379	0,00044
L.Bajo-16	0,02635	0,02536	0,01014	0,01030	0,05275	0,09511	0,02886	0,09310	0,04634	0,10397	0,00052
L.Bajo-17	0,02645	0,02420	0,01020	0,01046	0,04953	0,09463	0,02547	0,09452	0,04587	0,10518	0,00044
L.Bajo-18	0,02752	0,02526	0,01073	0,01036	0,05316	0,09613	0,02732	0,09680	0,04831	0,11031	0,00047
L.Bajo-19	0,02670	0,02589	0,01054	0,00975	0,05215	0,10070	0,02823	0,09812	0,05149	0,11149	0,00052
L.Bajo-20	0,02594	0,02502	0,01011	0,01038	0,05106	0,09713	0,02877	0,09498	0,04668	0,10647	0,00049

Cuadro 25. Continuación de las lecturas por ICP MS para el análisis de metales de nivel bajo desde el Estroncio al Uranio.

Elemento	Estroncio	Molibdeno	Plata	Cadmio	Estaño	Antimonio	Bario	Talio	Plomo	Bismuto	Uranio
Masa	88	95	107	111	118	121	138	205	208	209	238
L.Bajo-21	0,02505	0,02575	0,01045	0,00913	0,05241	0,09747	0,02475	0,09666	0,04833	0,10859	0,00046
L.Bajo-22	0,02550	0,02611	0,01028	0,01099	0,05161	0,09820	0,02981	0,09754	0,04930	0,10957	0,00054
L.Bajo-23	0,02768	0,02524	0,01020	0,01033	0,05260	0,09505	0,02762	0,09527	0,05185	0,10807	0,00052
L.Bajo-24	0,02672	0,02724	0,01041	0,01075	0,05312	0,09869	0,02901	0,09773	0,04939	0,11100	0,00048
L.Bajo-25	0,02717	0,02498	0,01027	0,01115	0,05067	0,09663	0,02979	0,09418	0,04760	0,10749	0,00056
L.Bajo-26	0,02602	0,02431	0,01026	0,01077	0,05200	0,09362	0,02927	0,09597	0,04900	0,10773	0,00057
L.Bajo-27	0,02611	0,02488	0,01047	0,01043	0,05206	0,09476	0,02676	0,09509	0,04645	0,10833	0,00047
L.Bajo-28	0,02662	0,02570	0,01060	0,01031	0,05226	0,09703	0,02837	0,09771	0,04797	0,11107	0,00052
L.Bajo-29	0,02694	0,02446	0,01045	0,01100	0,05138	0,09521	0,02873	0,09510	0,05018	0,10757	0,00057
L.Bajo-30	0,02609	0,02488	0,01023	0,01040	0,05029	0,09065	0,02893	0,09167	0,04614	0,10443	0,00047
PROMEDIO (mg/L)	0,02652	0,02527	0,01030	0,01041	0,05168	0,09707	0,02763	0,09657	0,04865	0,10816	0,00054
V. TEORICO	0,02500	0,02500	0,01000	0,01000	0,05000	0,10000	0,02500	0,10000	0,05000	0,10000	0,00050
PROMEDIO (ug/m3)	0,00239	0,00227	0,00093	0,00094	0,00465	0,00874	0,00249	0,00869	0,00438	0,00973	0,00005
V. TEORICO	0,00225	0,00225	0,00090	0,00090	0,00450	0,00900	0,00225	0,00900	0,00450	0,00900	0,00005
% RECUPERACION	106,07940	101,09221	102,96840	104,07068	103,36642	97,07305	110,50800	96,56609	97,29913	108,15833	107,49698

Cuadro 26. Lecturas de Incertidumbre de los tres niveles análisis de Metales en Filtros por ICP MS. Lecturas de Nivel Medio en orden ascendente de masas de Litio a Selenio.

Elemento Masa	Litio 7	Berilio 9	Boro 11	Aluminio 27	Vanadio 51	Cromo 52	Manganeso 55	Cobalto 59	Niquel 60	Cobre 63	Zinc 66	Selenio 77
L.Medio-1	0,28973	0,11192	1,12762	1,81666	0,51199	0,28539	0,27870	0,27979	0,55219	0,27915	0,56418	1,01965
L.Medio-2	0,27482	0,11314	1,11867	1,96929	0,51089	0,27796	0,27318	0,27624	0,54445	0,27416	0,55505	1,03849
L.Medio-3	0,27845	0,10686	1,07759	1,71922	0,49889	0,26933	0,26275	0,26378	0,51661	0,25903	0,53812	1,00317
L.Medio-4	0,28866	0,11095	1,07039	2,02864	0,50442	0,27227	0,26714	0,26660	0,52869	0,26420	0,53330	1,01558
L.Medio-5	0,29119	0,10981	1,07987	2,11467	0,51268	0,27453	0,26613	0,26760	0,53065	0,26746	0,53803	1,00620
L.Medio-6	0,28555	0,11032	1,07792	1,93630	0,52358	0,27613	0,26811	0,27078	0,52989	0,26672	0,53976	1,02602
L.Medio-7	0,29823	0,11163	1,10245	2,13942	0,52813	0,27939	0,26824	0,27401	0,53992	0,27250	0,54839	1,06487
L.Medio-8	0,28339	0,11038	1,07225	2,02755	0,52749	0,27821	0,27154	0,27119	0,53569	0,27107	0,55105	1,01849
L.Medio-9	0,27477	0,10831	1,06606	1,97498	0,50464	0,26621	0,26092	0,26202	0,51989	0,25974	0,53232	1,01634
L.Medio-10	0,27890	0,10694	1,05583	2,09072	0,52002	0,26803	0,26581	0,26798	0,52472	0,26170	0,53291	1,01360
L.Medio-11	0,29895	0,11431	1,03348	2,08593	0,51390	0,28437	0,27789	0,27941	0,54691	0,27291	0,56091	1,01253
L.Medio-12	0,29816	0,11163	1,10826	2,03792	0,51515	0,28077	0,27479	0,27628	0,54211	0,27253	0,54915	1,05747
L.Medio-13	0,28559	0,10784	1,07733	1,85579	0,51239	0,27169	0,26710	0,26745	0,52928	0,26202	0,54386	1,02937
L.Medio-14	0,29123	0,11072	1,07738	2,10898	0,51429	0,27189	0,26862	0,26954	0,52420	0,26464	0,53406	1,02537
L.Medio-15	0,29964	0,10962	1,07372	2,08820	0,52280	0,27356	0,27017	0,26917	0,52630	0,26563	0,53493	1,03181
L.Medio-16	0,28617	0,11033	1,10050	2,04823	0,52618	0,27966	0,27171	0,27004	0,53413	0,27177	0,54026	1,05241
L.Medio-17	0,28887	0,11165	1,10206	2,14927	0,53709	0,28671	0,27785	0,27716	0,54147	0,27471	0,54402	1,05791
L.Medio-18	0,28326	0,11026	1,09283	2,10456	0,53157	0,27807	0,27204	0,27301	0,53060	0,27165	0,54422	1,06208
L.Medio-19	0,27845	0,11005	1,08067	2,09836	0,51688	0,26934	0,26600	0,26615	0,51255	0,26100	0,52093	1,04699
L.Medio-20	0,27677	0,10936	1,08415	1,85396	0,53504	0,27519	0,27036	0,26965	0,52111	0,26532	0,53468	1,03862

Cuadro 27. Continuación de número de lecturas de Nivel medio de Litio a Selenio de Incertidumbre de Análisis de Metales por ICP MS

Elemento	Litio	Berilio	Boro	Aluminio	Vanadio	Cromo	Manganeso	Cobalto	Niquel	Cobre	Zinc	Selenio
Masa	7	9	11	27	51	52	55	59	60	63	66	77
L.Medio-21	0,27777	0,10832	1,09792	2,08712	0,53243	0,28290	0,27531	0,27210	0,52445	0,26892	0,54077	1,07896
L.Medio-22	0,28163	0,11153	1,11140	2,04451	0,53144	0,28324	0,27397	0,27294	0,52563	0,26897	0,52962	1,05591
L.Medio-23	0,28184	0,11434	1,05037	2,18917	0,51521	0,28052	0,27555	0,27261	0,52683	0,26852	0,53669	1,02609
L.Medio-24	0,29113	0,11507	1,00889	2,17527	0,52341	0,28270	0,27530	0,27407	0,52421	0,27221	0,54096	1,06066
L.Medio-25	0,28265	0,11138	1,11496	2,04096	0,52757	0,28086	0,27557	0,27349	0,52544	0,27053	0,53131	1,09539
L.Medio-26	0,28282	0,11422	1,11993	2,15091	0,53532	0,28350	0,27616	0,27548	0,52557	0,26893	0,53108	1,08698
L.Medio-27	0,29641	0,11065	1,12774	1,91226	0,54611	0,28525	0,27891	0,27604	0,53248	0,27617	0,53849	1,07472
L.Medio-28	0,28684	0,11460	1,10829	2,60076	0,52869	0,27810	0,27561	0,27406	0,52416	0,27053	0,53788	1,09162
L.Medio-29	0,27755	0,10972	1,09522	2,17695	0,51737	0,26813	0,26296	0,26227	0,50116	0,26001	0,51395	1,04307
L.Medio-30	0,29265	0,10884	1,09788	2,20484	0,52407	0,27567	0,26924	0,26635	0,50835	0,26164	0,51816	1,04245
PROMEDIO (mg/L)	0,28607	0,11082	1,08705	2,06105	0,52165	0,27732	0,27125	0,27124	0,52832	0,26815	0,53863	1,04309
V. TEORICO	0,25000	0,10000	1,00000	2,00000	0,50000	0,25000	0,25000	0,25000	0,50000	0,25000	0,50000	1,00000
PROMEDIO (ug/m3)	0,02575	0,00997	0,09783	0,18549	0,04695	0,02496	0,02441	0,02441	0,04755	0,02413	0,04848	0,09388
V. TEORICO	0,02250	0,00900	0,09000	0,18000	0,04500	0,02250	0,02250	0,02250	0,04500	0,02250	0,04500	0,09000
% RECUPERACION	114,42793	110,82324	108,70544	103,05230	104,33091	110,92741	108,50197	108,49675	105,66421	107,25817	107,72694	104,30938

Cuadro 28. Lecturas de ICP MS de analitos de nivel Medio. Continuando con las lecturas ascendentes según la masa atómica de Estroncio a Uranio.

Elemento	Estroncio	Molibdeno	Plata	Cadmio	Estaño	Antimonio	Bario	Talio	Plomo	Bismuto	Uranio
Masa	88	95	107	111	118	121	138	205	208	209	238
L.Medio-1	0,27425	0,25635	0,10668	0,10483	0,53733	1,05528	0,26315	1,00899	0,48984	1,12455	0,00564
L.Medio-2	0,27112	0,26504	0,10583	0,10349	0,54099	1,04419	0,25834	1,01319	0,48435	1,13014	0,00560
L.Medio-3	0,25973	0,25724	0,10181	0,09924	0,51339	0,99878	0,24706	0,96885	0,46398	1,08127	0,00547
L.Medio-4	0,26183	0,25641	0,10230	0,09714	0,51962	1,00391	0,25111	0,96784	0,46824	1,07528	0,00505
L.Medio-5	0,26203	0,25878	0,10274	0,10087	0,52328	1,00711	0,25159	0,97941	0,47542	1,08493	0,00524
L.Medio-6	0,26266	0,26271	0,10344	0,10227	0,52731	1,02105	0,25007	0,99544	0,47224	1,09180	0,00509
L.Medio-7	0,26559	0,26728	0,10445	0,10164	0,53321	1,02652	0,26162	1,00736	0,48447	1,11494	0,00550
L.Medio-8	0,26500	0,26094	0,10458	0,10125	0,52381	1,01313	0,25183	1,00337	0,48258	1,10869	0,00546
L.Medio-9	0,25261	0,25830	0,10066	0,10083	0,51557	0,99436	0,24650	0,96540	0,46456	1,05982	0,00509
L.Medio-10	0,25862	0,25987	0,10258	0,10101	0,51203	0,99972	0,24917	0,97915	0,47836	1,10770	0,00608
L.Medio-11	0,26799	0,25599	0,10543	0,10405	0,53182	1,03284	0,25747	0,97040	0,46822	1,06512	0,00503
L.Medio-12	0,26745	0,26311	0,10494	0,09883	0,52563	1,01914	0,25558	0,97360	0,47937	1,07817	0,00522
L.Medio-13	0,25970	0,25292	0,10182	0,09740	0,51513	0,99595	0,24882	0,95791	0,46545	1,05704	0,00506
L.Medio-14	0,26143	0,25722	0,10277	0,09893	0,52607	1,00117	0,25123	0,97107	0,46812	1,06471	0,00529
L.Medio-15	0,26369	0,25769	0,10310	0,10221	0,52530	0,99763	0,25322	0,97889	0,47769	1,07584	0,00542
L.Medio-16	0,26257	0,26006	0,10369	0,09967	0,52687	1,01199	0,25271	0,98844	0,47973	1,08960	0,00533
L.Medio-17	0,26770	0,26388	0,10543	0,10332	0,54302	1,01970	0,26384	1,01178	0,49000	1,10607	0,00550
L.Medio-18	0,26264	0,26388	0,10456	0,10201	0,52927	1,00196	0,25259	1,00194	0,48673	1,09199	0,00531
L.Medio-19	0,25773	0,25782	0,10129	0,09809	0,51531	0,99164	0,24620	0,96042	0,46439	1,04720	0,00533
L.Medio-20	0,26008	0,25786	0,10357	0,09983	0,52715	1,00015	0,25284	0,98024	0,47875	1,06693	0,00552

Cuadro 29. Continuación de las lecturas por ICP MS para el análisis de metales de nivel medio desde el Estroncio al Uranio.

Elemento	Estroncio	Molibdeno	Plata	Cadmio	Estaño	Antimonio	Bario	Talio	Plomo	Bismuto	Uranio
Masa	88	95	107	111	118	121	138	205	208	209	238
L.Medio-21	0,26595	0,26180	0,10363	0,09840	0,53703	1,00691	0,26036	0,97100	0,47118	1,05923	0,00512
L.Medio-22	0,26585	0,25972	0,10440	0,10223	0,53794	1,00671	0,25522	0,97829	0,47120	1,06329	0,00525
L.Medio-23	0,26508	0,25302	0,10291	0,10078	0,52522	0,99553	0,25029	0,96036	0,46740	1,05076	0,00552
L.Medio-24	0,26694	0,25555	0,10469	0,10541	0,53166	1,00580	0,25429	0,99284	0,47764	1,08285	0,00574
L.Medio-25	0,26260	0,25810	0,10347	0,10098	0,53637	1,01171	0,25713	0,98756	0,48265	1,08307	0,00553
L.Medio-26	0,26458	0,26391	0,10523	0,10267	0,53171	1,00903	0,25515	1,00163	0,48916	1,09369	0,00534
L.Medio-27	0,26958	0,26432	0,10657	0,10603	0,54902	1,02931	0,26607	0,99669	0,48354	1,08857	0,00553
L.Medio-28	0,26334	0,25886	0,10469	0,10176	0,52180	0,99287	0,25231	0,97217	0,47611	1,06616	0,00519
L.Medio-29	0,25500	0,25324	0,09958	0,09576	0,51908	0,98407	0,24466	0,92108	0,44404	1,00157	0,00480
L.Medio-30	0,25690	0,25643	0,10141	0,09896	0,51361	0,97067	0,24910	0,91823	0,44226	0,99316	0,00457
PROMEDIO (mg/L)	0,26334	0,25928	0,10361	0,10100	0,52719	1,00829	0,25365	0,97945	0,47426	1,07681	0,00533
V. TEORICO	0,25000	0,25000	0,10000	0,10000	0,50000	1,00000	0,25000	1,00000	0,50000	1,00000	0,00500
PROMEDIO (ug/m3)	0,02370	0,02333	0,00932	0,00909	0,04745	0,09075	0,02283	0,08815	0,04268	0,09691	0,00048
V. TEORICO	0,02250	0,02250	0,00900	0,00900	0,04500	0,09000	0,02250	0,09000	0,04500	0,09000	0,00045
% RECUPERACION	105,33672	103,71047	103,60881	100,99635	105,43710	100,82940	101,46003	97,94505	94,85113	107,68055	106,56079

Cuadro 30. Lecturas de Incertidumbre de los tres niveles análisis de Metales en Filtros por ICP MS. Lecturas de Nivel Alto en orden ascendente de masas de Litio a Selenio.

Elemento Masa	Litio 7	Berilio 9	Boro 11	Aluminio 27	Vanadio 51	Cromo 52	Manganeso 55	Cobalto 59	Niquel 60	Cobre 63	Zinc 66	Selenio 77
L.Alto-1	2,8038	1,1722	10,3289	20,3440	4,8578	2,7914	2,7404	2,6037	5,0414	2,5244	5,1170	10,5320
L.Alto-2	2,3074	1,0180	9,9290	21,1111	5,0015	2,6006	2,6286	2,4995	4,7830	2,4293	4,9779	9,3781
L.Alto-3	2,2821	1,0178	9,8997	21,2351	4,9730	2,5715	2,5905	2,5026	4,7115	2,4173	4,8960	9,2992
L.Alto-4	2,3475	1,0352	10,4809	21,0750	4,9063	2,5692	2,6252	2,5116	4,8000	2,4544	4,9209	9,2247
L.Alto-5	2,3407	1,0449	10,4924	21,2308	4,9721	2,5783	2,6710	2,5648	4,8673	2,4804	4,9742	9,3440
L.Alto-6	2,4114	1,0389	10,3540	20,8313	4,8806	2,5328	2,6420	2,5405	4,7791	2,4365	4,9262	9,2873
L.Alto-7	2,4482	1,0131	10,0575	20,2947	4,7405	2,7258	2,5940	2,4811	4,6639	2,3825	4,7992	8,9270
L.Alto-8	2,4763	1,0262	10,2118	21,5896	4,7779	2,7475	2,6244	2,5150	4,7558	2,4226	4,8560	9,3782
L.Alto-9	2,4429	1,0082	9,8179	20,1610	4,6214	2,4478	2,5608	2,4484	4,6377	2,3409	5,1768	8,8604
L.Alto-10	2,5739	1,0530	10,2913	20,7820	4,8001	2,6322	2,7016	2,5598	4,8035	2,4569	5,3494	9,3955
L.Alto-11	2,5212	1,0460	10,0965	22,0675	4,7442	2,7456	2,7033	2,5558	4,8266	2,4562	5,3242	9,1880
L.Alto-12	2,5529	1,0431	10,2565	21,5571	4,7046	2,7243	2,6675	2,5315	4,8009	2,4397	5,4167	9,3330
L.Alto-13	2,5366	1,0511	10,2779	22,1073	4,7498	2,7399	2,7150	2,5660	4,8665	2,4546	5,4325	9,4520
L.Alto-14	2,5162	1,0371	10,1480	20,9956	4,6009	2,4678	2,6700	2,5167	4,7657	2,4183	5,3061	9,2669
L.Alto-15	2,5506	1,0629	10,1822	21,7007	4,7015	2,5995	2,7210	2,5860	4,8635	2,4554	5,4557	9,4522
L.Alto-16	2,7529	1,1066	11,0732	22,3721	4,7387	2,7770	2,8291	2,6634	5,0001	2,5246	5,6028	9,5230
L.Alto-17	2,6455	1,0735	10,6785	21,0038	4,6061	2,5607	2,7117	2,5705	4,8345	2,4490	5,4227	9,2552
L.Alto-18	2,6671	1,0889	10,9324	21,7889	4,6895	2,7254	2,7699	2,5976	4,9183	2,4924	5,4885	9,4691
L.Alto-19	2,6027	1,0654	10,6886	21,4337	4,5379	2,4238	2,6809	2,5355	4,7960	2,4151	5,3230	9,0737
L.Alto-20	2,6660	1,0898	10,9428	21,4689	4,7267	2,7799	2,7924	2,6198	4,9477	2,5316	5,4537	9,4289

Cuadro 31. Continuación de número de lecturas de Nivel Alto de Litio a Selenio de Incertidumbre de Análisis de Metales por ICP MS

Elemento Masa	Litio 7	Berilio 9	Boro 11	Aluminio 27	Vanadio 51	Cromo 52	Manganeso 55	Cobalto 59	Niquel 60	Cobre 63	Zinc 66	Selenio 77
L.Alto-21	2,6447	1,0891	10,7214	22,0612	4,6402	2,7352	2,7576	2,5649	4,8833	2,4640	5,3649	9,2023
L.Alto-22	2,6357	1,0754	10,8053	21,6173	4,5748	2,4648	2,6950	2,5599	4,8801	2,4502	5,3938	9,1487
L.Alto-23	2,6667	1,0937	10,8006	22,3341	4,6374	2,5897	2,7477	2,5909	4,8942	2,4962	5,4194	9,1691
L.Alto-24	2,5868	1,0732	10,6924	20,9610	4,5653	2,4569	2,6929	2,5451	4,8151	2,4430	5,3382	9,0271
L.Alto-25	2,6343	1,0863	10,8035	20,6319	4,6135	2,6115	2,7177	2,5717	4,8727	2,4579	5,3814	9,1663
L.Alto-26	2,5898	1,0789	10,7146	20,6686	4,5515	2,5889	2,6885	2,5772	4,8441	2,4705	5,3359	9,0376
L.Alto-27	2,5676	1,0567	10,4378	19,8271	4,4687	2,4406	2,6771	2,5183	4,7497	2,4284	5,2551	8,7756
L.Alto-28	2,7024	1,1212	10,9869	22,3434	4,6595	2,7683	2,7681	2,5789	4,9080	2,5072	5,4216	8,9607
L.Alto-29	2,6314	1,0709	10,5707	21,3891	4,4857	2,4660	2,6799	2,5157	4,7279	2,4355	5,2449	8,6800
L.Alto-30	2,6447	1,1024	10,8177	21,6163	4,6696	2,7595	2,7387	2,6090	4,8450	2,5071	5,3170	8,9730
PROMEDIO (mg/L)	2.5583	1,0647	10,4830	21,2867	4,7066	2,6208	2,6934	2,5534	4,8294	2,4547	5,2564	9,2403
V. TEORICO	2.5000	1,0000	10,0000	20,0000	5,0000	2,5000	2,5000	2,5000	5,0000	2,5000	5,0000	10,0000
PROMEDIO (ug/m3)	0,2303	0,0958	0,9435	1,9158	0,4236	0,2359	0,2424	0,2298	0,4346	0,2209	0,4731	0,8316
V. TEORICO	0,2250	0,0900	0,9000	1,8000	0,4500	0,2250	0,2250	0,2250	0,4500	0,2250	0,4500	0,9000
% RECUPERACION	102.3338	106,4666	104,8303	106,4334	94,1312	104,8300	107,7367	102,1350	96,5888	98,1891	105,1279	92,4030

Cuadro 32. Lecturas de ICP MS de analitos de nivel Alto. Continuando con las lecturas ascendentes según la masa atómica de Estroncio a Uranio.

Elemento	Estroncio	Molibdeno	Plata	Cadmio	Estaño	Antimonio	Bario	Talio	Plomo	Bismuto	Uranio
Masa	88	95	107	111	118	121	138	205	208	209	238
L.Alto-1	2,4955	2,5621	0,9758	0,9922	5,0087	9,7260	2,4232	9,4394	4,5268	9,4631	0,0501
L.Alto-2	2,4745	2,4078	0,9545	0,9232	4,8423	9,7680	2,6236	9,1366	4,6284	9,8611	0,0510
L.Alto-3	2,5417	2,5077	0,9648	0,9334	4,8590	9,7430	2,6447	9,4986	4,7299	10,2606	0,0511
L.Alto-4	2,5315	2,4022	0,9625	0,9318	4,7975	9,7810	2,6072	9,2454	4,6121	9,9045	0,0503
L.Alto-5	2,5718	2,4804	0,9798	0,9407	4,8381	9,8059	2,6461	9,4117	4,7638	10,2005	0,0527
L.Alto-6	2,5184	2,4697	0,9660	0,9318	4,7408	9,7323	2,6456	9,3991	4,7530	10,2306	0,0520
L.Alto-7	2,4688	2,3733	0,9485	0,9049	4,6383	9,4902	2,5698	9,1068	4,6232	9,8801	0,0508
L.Alto-8	2,5141	2,5087	0,9608	0,9299	4,7171	9,6512	2,6231	9,2981	4,6572	10,1030	0,0505
L.Alto-9	2,4369	2,3736	0,9348	0,8976	4,5594	9,3087	2,5526	9,0397	4,5968	9,8419	0,0497
L.Alto-10	2,5466	2,4721	0,9719	0,9360	4,7081	9,7548	2,5458	9,3300	4,7827	10,1620	0,0514
L.Alto-11	2,5426	2,4132	0,9684	0,9469	4,6414	9,6352	2,5184	9,3368	4,6965	10,0530	0,0521
L.Alto-12	2,5562	2,4351	0,9605	0,9499	4,6471	9,6581	2,6320	9,2904	4,6566	9,8853	0,0523
L.Alto-13	2,5987	2,4656	0,9776	0,9515	4,6793	9,7344	2,6744	9,4297	4,7494	10,0952	0,0531
L.Alto-14	2,5095	2,4024	0,9556	0,9212	4,5566	9,4994	2,5718	9,1488	4,6079	9,8433	0,0519
L.Alto-15	2,5791	2,4143	0,9781	0,9616	4,5507	9,6321	2,6208	9,1761	4,6249	9,9884	0,0519
L.Alto-16	2,6689	2,4220	0,9937	0,9706	4,6067	9,7493	2,6627	9,1360	4,6732	10,0302	0,0514
L.Alto-17	2,5741	2,3789	0,9557	0,9269	4,4764	9,3889	2,5477	8,8155	4,5177	9,5574	0,0504
L.Alto-18	2,5984	2,4284	0,9770	0,9426	4,5538	9,5312	2,6019	9,0142	4,5992	9,7684	0,0506
L.Alto-19	2,5087	2,3664	0,9472	0,9182	4,4133	9,3233	2,5452	9,0382	4,5700	9,6395	0,0510
L.Alto-20	2,6042	2,4568	0,9837	0,9393	4,6334	9,7141	2,5345	9,1518	4,7244	9,9292	0,0506

Cuadro 33. Continuación de las lecturas por ICP MS para el análisis de metales de nivel Alto desde el Estroncio al Uranio.

Elemento	Estroncio	Molibdeno	Plata	Cadmio	Estaño	Antimonio	Bario	Talio	Plomo	Bismuto	Uranio
Masa	88	95	107	111	118	121	138	205	208	209	238
L.Alto-21	2.5989	2,4376	0,9777	0,9439	4,6120	9,5572	2,5024	9,0278	4,6231	9,7483	0,0508
L.Alto-22	2.5478	2,4110	0,9620	0,9300	4,5750	9,6416	2,5947	8,9466	4,5582	9,7125	0,0507
L.Alto-23	2.5811	2,4414	0,9734	0,9280	4,5810	9,6283	2,6182	9,1412	4,7507	10,0600	0,0511
L.Alto-24	2.5242	2,4073	0,9608	0,9160	4,5276	9,4800	2,5656	8,9171	4,5220	9,7561	0,0494
L.Alto-25	2.5889	2,4510	0,9733	0,9365	4,6383	9,5786	2,6145	9,0540	4,6721	9,7576	0,0500
L.Alto-26	2.5344	2,4222	0,9600	0,9255	4,6233	9,5342	2,5770	8,8895	4,5827	9,6355	0,0491
L.Alto-27	2.5154	2,4036	0,9517	0,9028	4,4914	9,3670	2,5440	8,9469	4,6195	9,6971	0,0487
L.Alto-28	2.6102	2,3986	0,9809	0,9197	4,6654	9,7661	2,6206	9,0282	4,6477	9,6077	0,0504
L.Alto-29	2.5175	2,3884	0,9524	0,8866	4,4715	9,2958	2,5406	8,8029	4,4992	9,5493	0,0498
L.Alto-30	2.5687	2,4636	0,9762	0,9305	4,6523	9,6997	2,5082	8,9697	4,6833	9,7735	0,0504
PROMEDIO (mg/L)	2,5476	2,4322	0,9662	0,9323	4,6435	9,6058	2,5826	9,1389	4,6417	9,8665	0,0508
V. TEORICO	2,5000	2,5000	1,0000	1,0000	5,0000	10,0000	2,5000	10,0000	5,0000	10,0000	0,0500
PROMEDIO (ug/m3)	0,2293	0,2189	0,0870	0,0839	0,4179	0,8645	0,2324	0,8225	0,4178	0,8880	0,0046
V. TEORICO	0,2250	0,2250	0,0900	0,0900	0,4500	0,9000	0,2250	0,9000	0,4500	0,9000	0,0045
% RECUPERACION	101,9033	97,2867	96,6179	93,2313	92,8704	96,0585	103,3026	91,3889	92,8348	98,6650	101,6915

9. CONCLUSIONES

- En las pruebas realizadas para los límites de detección se usa la solución extractora para la digestión, para lecturas de Generación de Hidruros se hizo con la generación directa del extracto al igual que para el ICP OES, esto nos indica la robustez del método o procedimiento original que está destinado para el análisis de aguas en medio de Acido Nitrico al 2%, por tanto se concluye que debido a ésta robustez es aplicable para el medio de extracción usado para la digestión de filtros de aire.
- Para el Mercurio se realizaron las lecturas con dilución de 1:5, inicialmente se leyeron directas las muestras pero el interferente de matriz no permitía recuperar las concentraciones deseadas, el exceso de iones cloruros disminuyeron las señales de Hg^{2+} emitidas en las lecturas.
- Para el ICP MS se trabajó con un medio de 1:20 de la solución extractora, ya tenía establecido la configuración del programa del ICP MS que no se puede ingresar muestras mayores a 100 ppm (mg/L) de concentración en cloruro, calculándose que aproximadamente con una dilución de 1:20 permitía trabajar sin problemas. Se concluye que tenía que iniciarse el análisis a partir de una dilución por la matriz, para no afectar el equipo, ni los resultados que interfieran con los iones cloruros; se puede concluir también que esto no afectará en el reporte de resultados debido a que originalmente el ICP MS tiene límites de detección en orden de ppb (ug/L) y ppt (ng/L) descritos en el punto (5.6) por tanto una dilución de 1:20 no será relevante.
- Para el caso de la presentación de resultados se ha trabajado con filtros High Vol. debido que textualmente el método de digestión EPA sólo estipula éste tamaño de filtro al igual que el cálculo en condiciones ambientales, el caso de filtros Low vol. como un

análisis alternativo se realiza un proceso similar, considerando las proporciones correspondientes tanto en ácidos, volúmenes y áreas de digestión se puede hacer una revalidación para la parte de la preparación y digestión.

- Es decir la digestión de los filtros está basados en métodos normalizados EPA, mientras que la lectura por ICP OES, ICP MS y el análisis por Absorción Atómica no se estipula en ninguna metodología, lo importante de esto es la respuesta positiva del medio con las pruebas de estándares multielementales.
- Para todas las técnicas trabajadas para la obtención de los límites de detección se partió en primera instancia de trabajar con límites establecidos para análisis de aguas, de lo cual se obtienen en algunos elementos respuestas confiables desde el punto de vista que existe una buena reproducibilidad, como se indica en los puntos 9.1.3 y 9.1.4.
- Para el caso de las que no se obtenía buena reproducibilidad se intentó cambiar la matriz realizando más dilución; como fue el caso del Mercurio o en la ultima opción subir el límite un nivel mas de concentración como fue el caso del Arsénico que inicialmente se trabajó con un límite de 0,002 ppb ($\mu\text{g/L}$) que se estableció para aguas en medio ambiente y se sube el límite a 0,005 ppb ($\mu\text{g/L}$) para el caso de digestión de filtros.
- Para el caso del **blanco – filtro** se consideran para el fondo de los filtros (sobre todo el contenido de metales en estudio) tomándose en cuenta para el cálculo de la incertidumbre.
- El promedio de Blancos para la incertidumbre toma importancia en el sentido si la concentración obtenida afecta o no al límite que se desea obtener.

- Para los límites de detección del Arsénico y Mercurio se usan blancos fortificados, es decir con concentraciones específicas, mientras que para el ICP OES e ICP MS se usan promedio de blancos sin concentración adicionada.

10. RECOMENDACIONES

- Resultaría comercialmente importante considerar los resultados de filtros Low Vol. analizados en el laboratorio, actualmente son los filtros con mayor diversidad de análisis y son usados para monitoreo Medio Ambiental en las áreas de Minería e Hidrocarburos.
- Los resultados de ICP OES incluye también elementos como cobre, cobalto, berilio, litio, vanadio, zinc así como otros elementos que se trabajan a nivel trazas que sería importante hacer la comparación con los resultados obtenidos del ICP MS, si bien es cierto las técnicas son similares pero el tipo de cuantificación son diferentes, una nos muestra un nivel trazas (para el caso del ICP MS) y otra nos muestra niveles más altos o si se quiere decir mejor un rango lineal mayor, por tanto en conjunto hacen confiables las respuesta de resultados.
- La técnica de Horno de Grafito por Absorción atómica mejora la sensibilidad, así como la Generación de Hidruros, sería recomendable realizar pruebas con éste tipo de atomización y hacer la comparación de resultados, sobre todo de los límites obtenidos.
- Las técnicas de los ICP OES o ICP MS permite hacer un barrido de mas elementos, dentro de ellos los no metales como el fósforo, el azufre (en forma de sulfato) y además de otros metales como el galio, wolframio, etc. podría hacer pruebas considerando también éstos elementos.

11. REFERENCIAS

Cincinnati, OH 45268 U.S. Environmental Protection Agency (EPA)
Compendio de Métodos para la determinación de componentes inorgánicos para el análisis de metales en Aire Medio Ambiental.

- Method IO 3.1 Selection, Preparation and Extraction of Filter Material.
- Method IO 3.2 Determination of Metals in Ambient Particulate Matter using Atomic Absorption (AA) Spectroscopy.
- Method IO 3.4 Determination of Metals in Ambient Particulate Matter Using Inductively Coupled Optic Plasma Spectroscopy (ICP OES).
- Method IO 3.5 Determination of Metals in Ambient Particulate Matter Using Inductively Coupled Plasma/Mass Spectroscopy (ICP/MS)

Ariel Rios Building; Metodo EPA 245.7 Análisis de Mercurio por Inyección de Flujo

Ricardo O. Crubellati, Cecilia D. Di Risio de CYTED (Programa Iberoamericano de Ciencia y Tecnología para el desarrollo); Aspectos Prácticos de la validación e Incertidumbre en medidas químicas; editores. Pag. 41, 48.

Augusto Ruiloba Rossel – Presidente de la comisión de Reglamentos Técnicos y Comerciales; Aprueban Guía para la Validación de métodos de Ensayo y las directrices para la implementación y Evaluación de métodos de ensayos Sensoiales - Resolución Comisión de Reglamentos Técnicos y Comerciales N°0008-2003/INDECOPI CRT –.

- APHA – Métodos Estandarizados para análisis de agua para el consumo humano. Método N° 3114 A/C Arsénico, Selenio por Generación de Hidruros/Absorción Atomica pag. 3-31,3-38.
- Howard E. Taylor; Inductively Coupled Plasma Mass Spectroscopy Practices and techniques; pag. 62,126,164.
- Edmond de Hoffmann and Vincent Stroobant – Mass Spectrometry Principles and Applications, Tercera Edición; pag 143, 164

ANEXO A: Datos Experimentales

A.1 Tabla de Concentración de Estándares de Calibración del ICP OES

Elemento	Unidades	Cal 1A	Cal 2A	Cal 3A	Cal 4A
Ag	mg/L		0,2	5	
Al	mg/L	0,2		50	
As	mg/L	0,2		5	
B	mg/L		0,5	5	
Ba	mg/L	0,2		5	
Be	mg/L	0,2		5	
Bi	mg/L	0,2		5	
Ca	mg/L	20			200
Cd	mg/L	0,2		5	
Co	mg/L	0,2		5	
Cr	mg/L	0,2		5	
Cu	mg/L	0,2		5	
Fe	mg/L	5			100
K	mg/L	5			200
Li	mg/L	5			
Mg	mg/L	20		50	200
Mn	mg/L	0,2		5	
Mo	mg/L		0,2	5	
Na	mg/L	20			200
Ni	mg/L	0,2		5	
P	mg/L	5			
Pb	mg/L	0,2		5	
S	mg/L				100
Sb	mg/L		0,2	5	
Se	mg/L	0,2		5	
Si	mg/L		5	500	
Sn	mg/L		0,5	5	
Sr	mg/L	0,2		5	
Ti	mg/L		0,5	5	
Tl	mg/L	0,2		5	
U	mg/L	0,2		5	
V	mg/L	0,2		5	
Zn	mg/L	0,2		5	

Donde: CAL1A, CAL2A, CAL3A, CAL4A: Nombres designados a los estándares de calibración

Anexo A.2 Concentración de Analitos de Estándar de Control de Digestión y Lectura del ICP OES

Elemento (mg/L)	QC-1
Ag	0,1
Al	2
As	1
B	1
Ba	0,25
Be	0,1
Bi	1
ca	50
Cd	0,1
Co	0,25
Cr	0,25
Cu	0,25
Fe	1
K	50
Li	0,25
Mg	50
Mn	0,25
Mo	0,25
Na	50
Ni	0,5
P	2,5
Pb	0,5
S	10
Sb	1
Se	1
Si	1
Sn	0,5
Sr	0,25
Ti	0,25
Tl	1
U	0,005
V	0,5
Zn	0,5

Donde QC1: es el control de lectura del ICP OES en ppm (mg/L).

Anexo A.3 Tabla de Concentración de Estándares de Calibración del ICP MS

Elementos	Estandar 1	Estandar 2	Estandar 3	Estandar 4*	Estandar 5**
Litio	0,005	0,010	0,050	0	0
Berilio	0,005	0,010	0,050	0	0
Boro	0,005	0,010	0,050	0	0
Carbon	-	-	-	50	0
Sodio	0,500	1,000	5,000	0	0
Magnesio	0,050	0,100	0,500	0	0
Aluminio	0,050	0,100	0,500	0	0
Silicio	0,500	1,000	5,000	0	0
Fosforo	0,500	1,000	5,000	0	0
Azufre	-	-	-	50	0
Cloro	-	-	-	-	50
Potasio	0,500	1,000	5,000	0	0
Calcio	0,500	1,000	5,000	0	0
Titanio	0,005	0,010	0,050	0	0
Vanadio	0,005	0,010	0,050	0	0
Cromo	0,005	0,010	0,050	0	0
Hierro	0,500	1,000	5,000	0	0
Manganeso	0,005	0,010	0,050	0	0
Cobalto	0,005	0,010	0,050	0	0
Nickel	0,005	0,010	0,050	0	0
Cobre	0,005	0,010	0,050	0	0
Zinc	0,005	0,010	0,050	0	0
Arsenico	0,005	0,010	0,050	0	0
Selenio	0,005	0,010	0,050	0	0
Estroncio	0,005	0,010	0,050	0	0
Molibdeno	0,005	0,010	0,050	0	0
Plata	0,005	0,010	0,050	0	0
Cadmio	0,005	0,010	0,050	0	0
Estaño	0,005	0,010	0,050	0	0
Antimonio	0,005	0,010	0,050	0	0
Bario	0,005	0,010	0,050	0	0
Talio	0,005	0,010	0,050	0	0
Plomo	0,005	0,010	0,050	0	0
Bismuto	0,005	0,010	0,050	0	0
Uranio	0,005	0,010	0,050	0	0

*Estd. de Control de corrección de C y S con Elementos Cr52, Cu65, V51.

**Estandar de Control de Corrección de Cl con elementos As75 y Se77

Anexo A.4 Concentración de Analitos de Estándar de Control en ICP MS

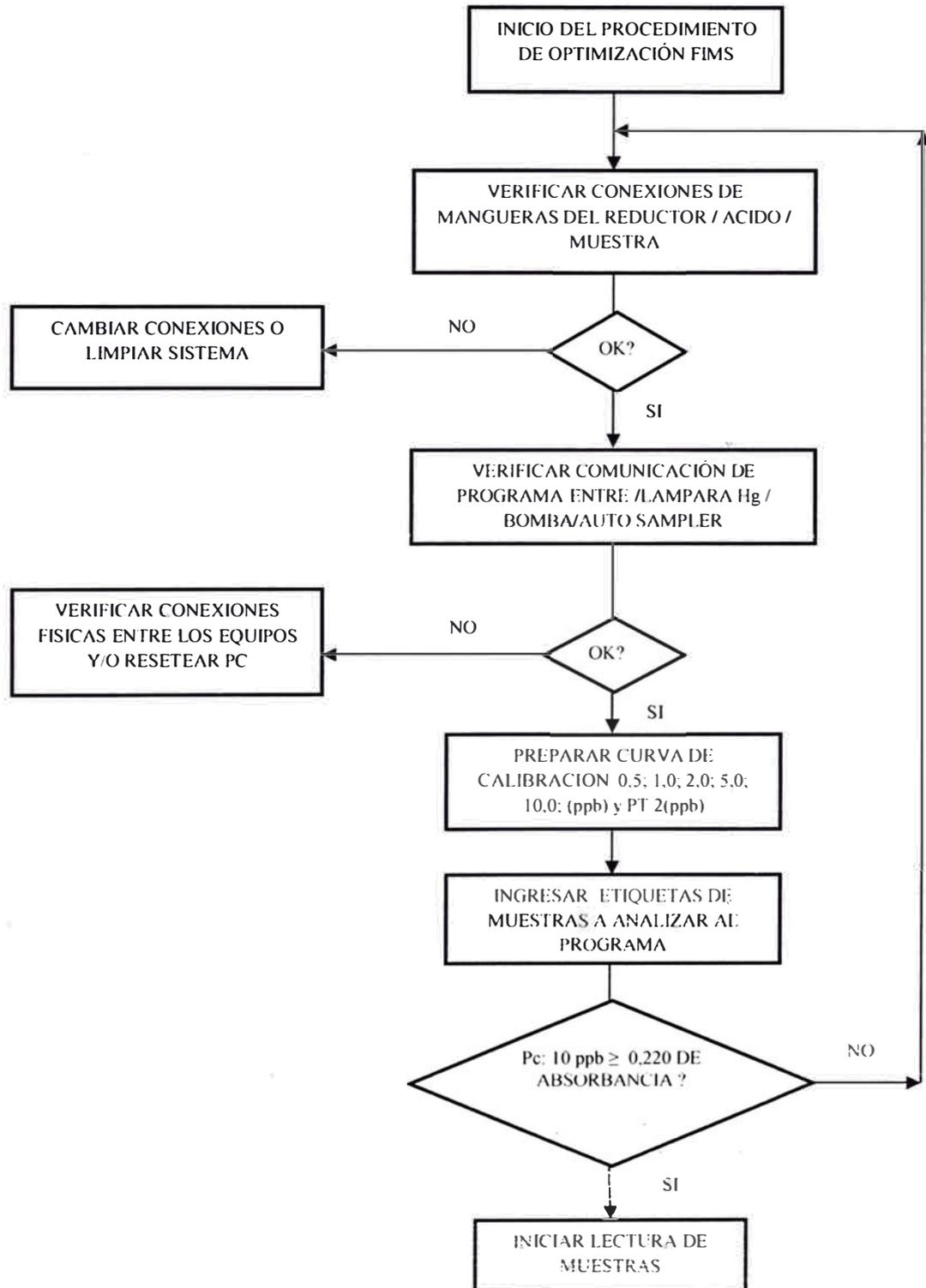
Elementos	Rblk	Vstd	Ca50	ELANRM
Litio	0	0.0100	0	0.01250
Berilio	0	0.0100	0	0.00500
Boro	0	0.0100	0	0.05000
Carbon*	1	4.6641	4	3.48985
Sodio	0	1.0000	0	2.50000
Magnesio	0	0.1000	0	2.50000
Aluminio	0	0.1000	0	0.10000
Silicio	0	1.0000	0	0.05000
Fosforo	0	1.0000	0	0.12500
Azufre*	0	0.1355	0	0.34358
Cloro*	0	0.2212	0	0.29122
Potasio	0	1.0000	0	2.50000
Calcio	0	1.0000	50	2.50000
Titanio	0	0.0100	0	0.01250
Vanadio	0	0.0100	0	0.02500
Cromo	0	0.0100	0	0.01250
Hierro	0	1.0000	0	0.05000
Manganeso	0	0.0100	0	0.01250
Cobalto	0	0.0100	0	0.01250
Nickel	0	0.0100	0	0.02500
Cobre	0	0.0100	0	0.01250
Zinc	0	0.0100	0	0.02500
Arsenico	0	0.0100	0	0.05000
Selenio	0	0.0100	0	0.05000
Estroncio	0	0.0100	0	0.01250
Molibdeno	0	0.0100	0	0.01250
Plata	0	0.0100	0	0.00500
Cadmio	0	0.0100	0	0.00500
Estaño	0	0.0100	0	0.02500
Antimonio	0	0.0100	0	0.05000
Bario	0	0.0100	0	0.01250
Talio	0	0.0100	0	0.05000
Plomo	0	0.0100	0	0.02500
Bismuto	0	0.0100	0	0.05000
Uranio	0	0.0100	0	0.00025

*El C, S y Cl son controlados en los estándares de control en ppm (mg/L)

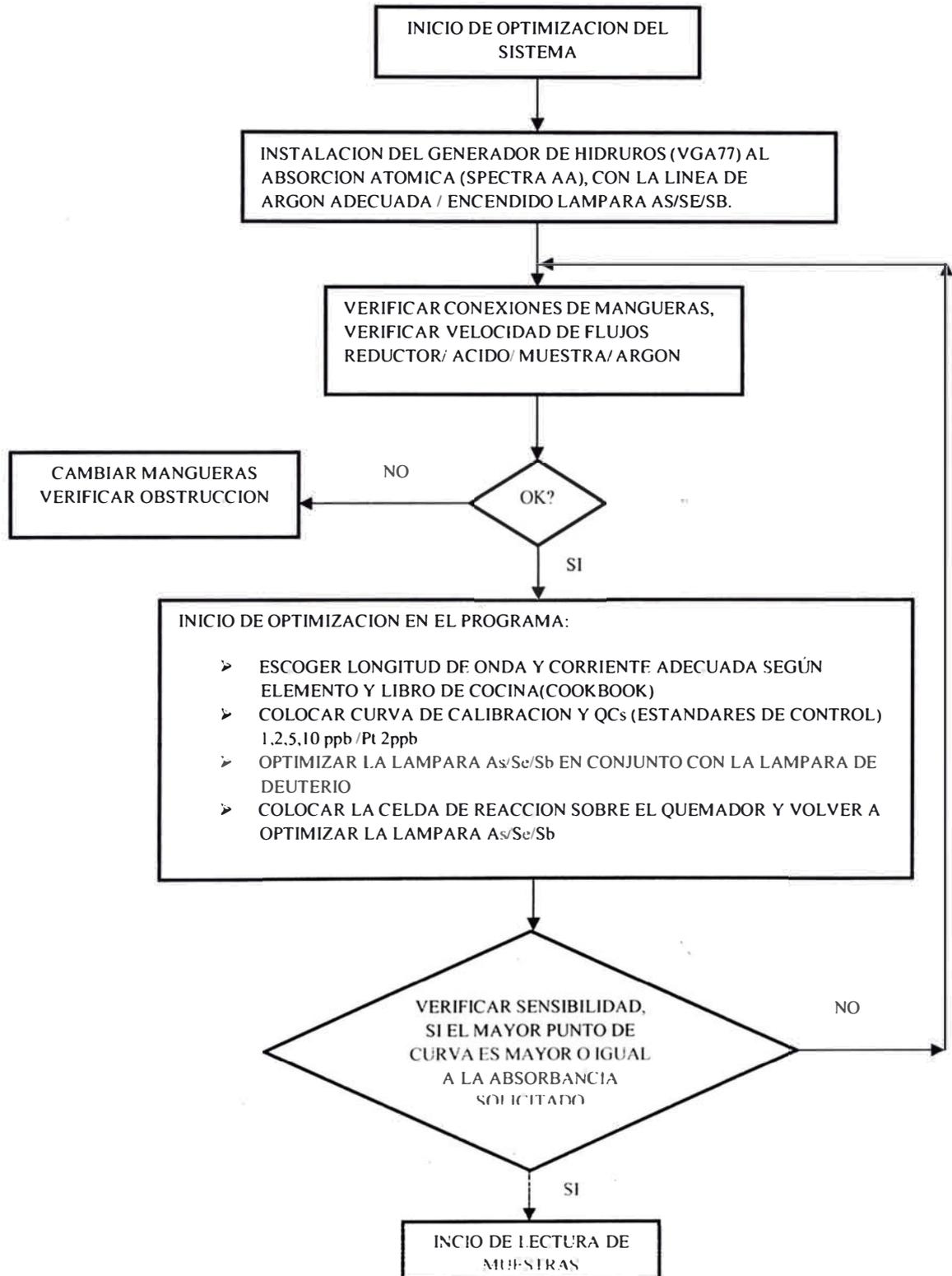
***Rblk, Vstd y ELANRM: Son controles de Lectura en ppm (mg/L)**

ANEXO B: Procedimientos de Análisis en el Laboratorio

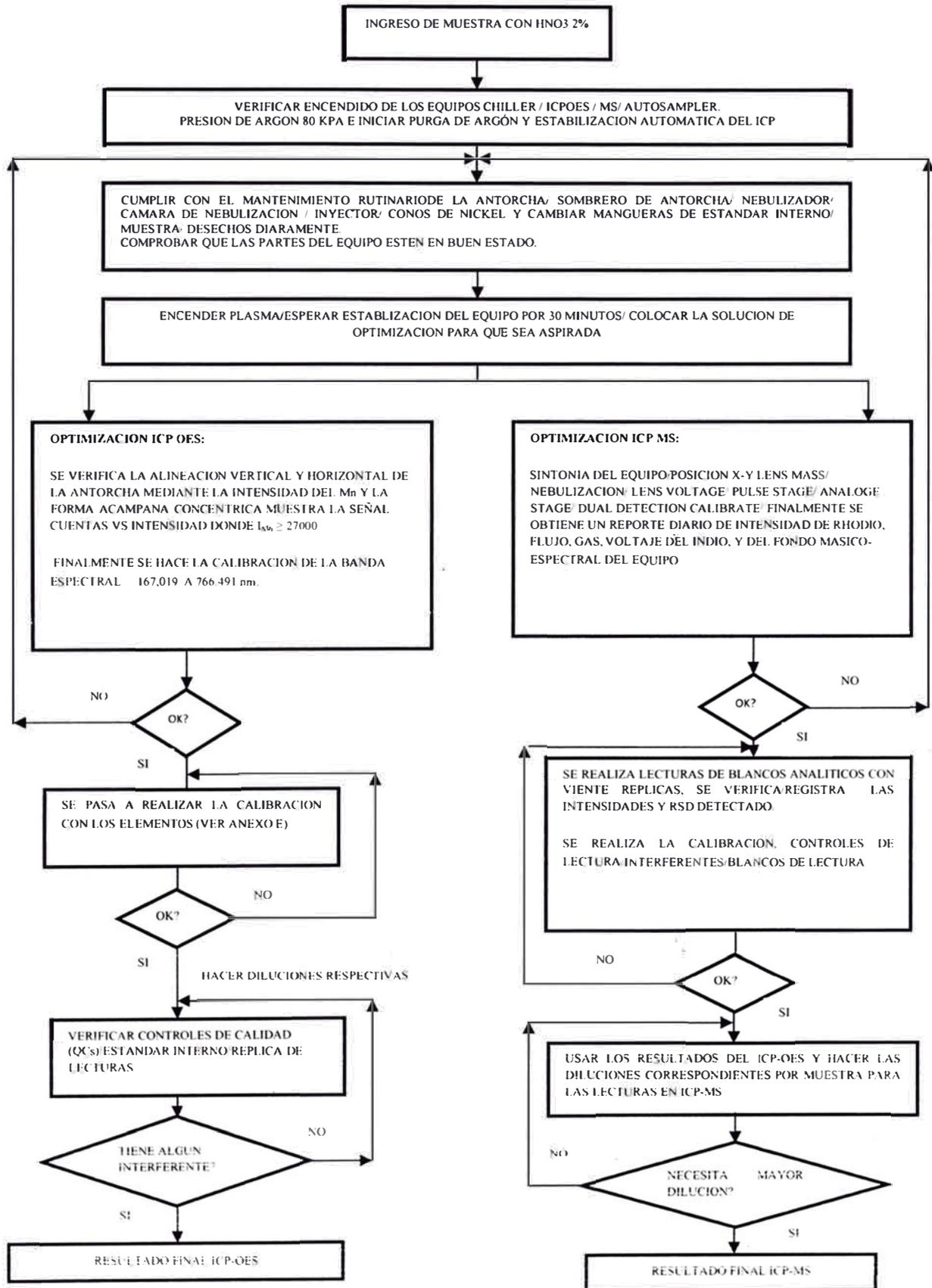
Anexo B.1. **PROCEDIMIENTO DEL MANEJO DEL FIMS**



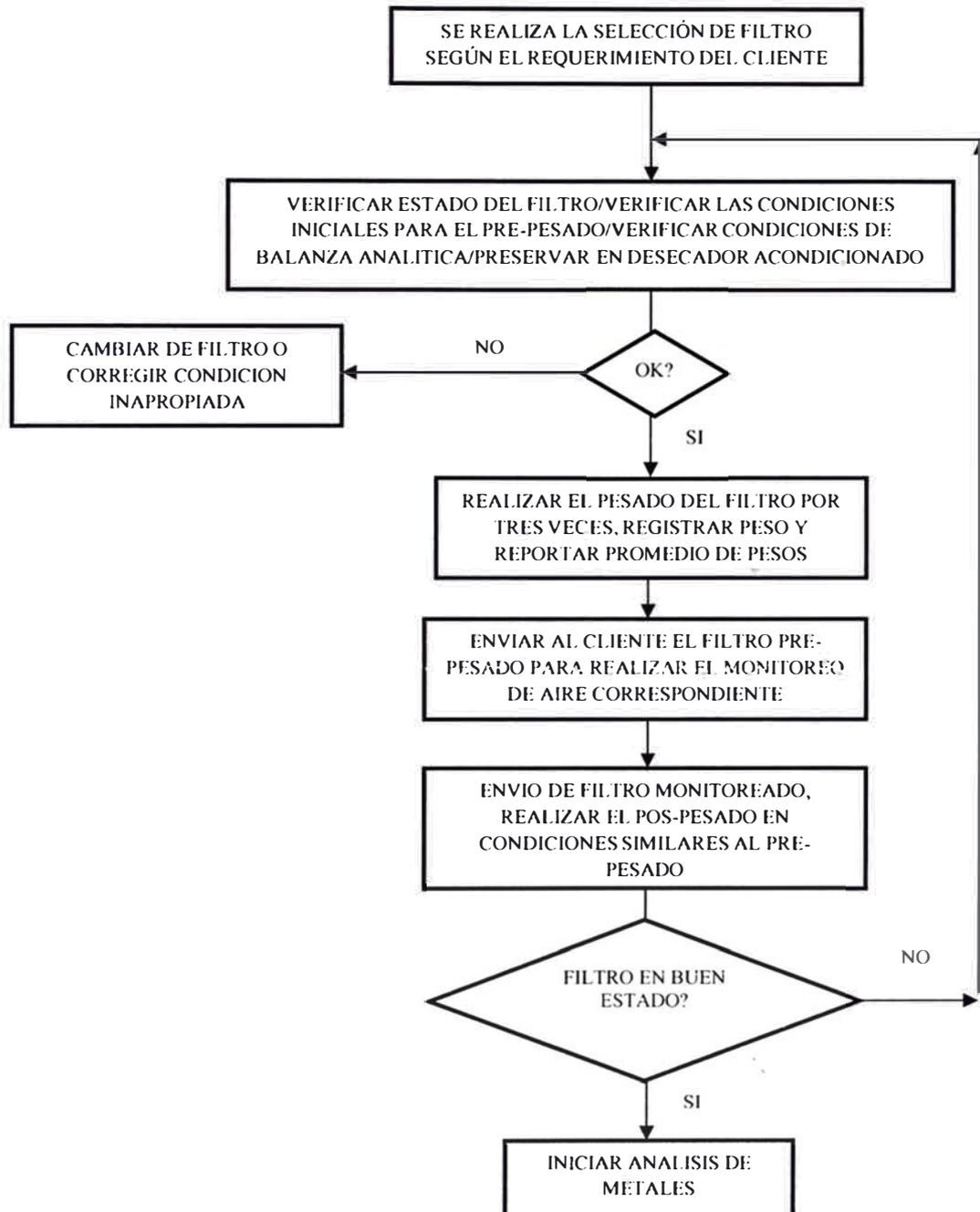
Anexo B.2. PROCEDIMIENTO MANEJO DE GENERADOR DE HIDRURO



Anexo B.3. PROCEDIMIENTO DE MANEJO DE ICPS



Anexo B.4. PROCEDIIMIENTO DE PRE PESADO Y POS PESADO DE FILTRO DE MONITOREO DE AIRE



ANEXO C Especificación Complementarias

Anexo C1. Especificaciones de Filtros de Aire para monitoreo de Medio Ambiente según EPA625/R-96/010a

Fibra Celulosa
<ul style="list-style-type: none"> • Paso lento • Máxima Temperatura de exposición 150°C • Al afinidad en solución acuosa • Formación de fondo de iones SO_4 y NO_3 • Bueno para el análisis de activación de neutrones por Rayos X • Bajo contenido de metales
Fibra de Cuarzo (Cuarzo recubierto con/sin protección organica)
<ul style="list-style-type: none"> • Máxima temperatura de exposición 540°C • Alta eficiencia de colección • Afinidad Hidroscopia • Bueno para atmosferas corrosivas • Muy frágil al contacto • paso lento, bueno para extracción
Fibra Sintetica (Teflon® y Nylon®)
<ul style="list-style-type: none"> • eficiencia de colección >99% para 0.01 μm de partículas • baja formación de material orgánico • Bajas impurezas • Excelente para análisis de rayos X • Excelente para la determinación de analitos hidroscopicos • Fibra de Nylon bueno para analitos nitrosos.
Fibra Membrana (Gel seco de Ester Celulosa)
<ul style="list-style-type: none"> • Frágil; requiere un pack de soporte durante la manipulación • Se maneja con alta presión • Bajos residuos al filtrar

ANEXO C Especificación Complementarias

Anexo C1. Especificaciones de Filtros de Aire para monitoreo de Medio Ambiente según EPA625/R-96/010a

Fibra Celulosa
<ul style="list-style-type: none"> • Paso lento • Máxima Temperatura de exposición 150°C • Alta afinidad en solución acuosa • Formación de fondo de iones SO_4^- y NO_3^- • Bueno para el análisis de activación de neutrones por Rayos X • Bajo contenido de metales
Fibra de Cuarzo (Cuarzo recubierto con/sin protección organica)
<ul style="list-style-type: none"> • Máxima temperatura de exposición 540°C • Alta eficiencia de colección • Afinidad Hidroscopica • Bueno para atmosferas corrosivas • Muy frágil al contacto • Paso lento, bueno para extracción
Fibra Sintetica (Teflon® y Nylon®)
<ul style="list-style-type: none"> • Eficiencia de colección >99% para 0,01 μm de partículas • Baja formación de material orgánico • Bajas impurezas • Excelente para análisis de rayos X • Excelente para la determinación de analitos hidroscopicos • Fibra de Nylon, buena para analitos nitrosos.
Fibra Membrana (Gel seco de Ester Celulosa)
<ul style="list-style-type: none"> • Frágil; requiere un pack de soporte durante la manipulación • Se maneja con alta presión • Bajos residuos al filtrar

Anexo C2. Información Complementario, Formato de espina de pescado para el análisis de la incertidumbre del Método ICP OES

