

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



DESARROLLO E IMPLEMENTACIÓN DEL MÉTODO PARA LA CUANTIFICACIÓN
DE HIERRO EN AGUA PARA CONSUMO HUMANO Y AGUA ENVASADA POR
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA TÉCNICA DE LLAMA

TRABAJO DE GRADO EN MODALIDAD PRÁCTICA PROFESIONAL SUPERVISADA

PRESENTADO POR

DANIA ESTELA ORTEZ SANTOS

PARA OPTAR AL GRADO DE

LICENCIADA EN QUÍMICA Y FARMACIA

FEBRERO 2024

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR

MAESTRO JUAN ROSA QUINTANILLA

SECRETARIO GENERAL

LICENCIADO PEDRO ROSALÍO ESCOBAR CASTANEDA

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

DECANA

M.sD. NANCY ZULEYMA GONZÁLEZ SOSA

SECRETARIA

LICDA. EUGENIA SORTO LEMUS

DIRECCION DE PROCESOS DE GRADO

DIRECTORA GENERAL (AD HONOREM)

M.Sc. Katia Lissette Martínez de Palacios

ASESORES

Lic. Henry Alfredo Hernández

M.Sc. Rosa Mirian Rivas de Lara

TUTOR INTERNO

M.Sc. Luis David Alonzo Hernández

AGRADECIMIENTOS

Una vez culminada mi carrera agradecer a Dios en primer lugar por haberme guiado en este camino, por darme la salud, sabiduría y fortaleza necesaria para culminar con esta etapa de mi vida.

A mis padres Reina Santos y Julio Ortez por apoyarme incondicionalmente, y a toda mi familia, amigos y compañeros que fueron parte de este recorrido, gracias por siempre creer en mí y motivarme a dar lo mejor de mí, aunque las circunstancias sean difíciles, sin su ayuda no hubiera sido posible culminar mi carrera y este trabajo, gracias por darme ánimos y no permitir que me diera por vencida. Infinitas gracias por educarme, apoyar siempre mis proyectos y siempre estar ahí para mí cuando los necesito.

A las autoridades del Laboratorio de Alimentos y Toxicología - Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental y Facultad de Química y Farmacia que hicieron posible el desarrollo de este proyecto en la modalidad de Práctica Profesional Supervisada, especialmente a la Licda. Celina Valle por su gestión y apoyo durante el desarrollo de este proyecto.

A mis tutores M.Sc. Luis David Alonzo Hernández, Licda. Margarita Ayala De Díaz y Licda. Cindy Rebeca Martínez Linares, que dedicaron tiempo, esfuerzo, conocimientos y orientarme para la realización de este trabajo escrito, por lo que estoy muy agradecida por haber tomado este reto y ser parte en mi camino.

A la Dirección de Procesos de Grado M.Sc. Katia Lissette Martínez de Palacios, tribunal evaluador Lic. Henry Alfredo Hernández y M.Sc. Rosa Mirian Rivas De Lara, por sus observaciones y orientación en el desarrollo de este trabajo.

DEDICATORIA

Dedico este trabajo a todos aquellos que han sido parte integral de mi camino académico y personal.

A mi familia. A mis padres Reina Santos y Julio Ortez y hermanos, por el gran apoyo en los momentos más difíciles de la carrera, dando ejemplo de superación y entrega.

A mis compañeros y amigos, gracias por todas las risas, estudio y conversaciones a lo largo de la carrera, gracias por todos los momentos que compartimos juntos.

A mis profesores y tutores, gracias por todos sus conocimientos compartidos, enseñanza, dedicación y por guiarme en mi camino.

Gracias.

ÍNDICE GENERAL

| | Pág. N° |
|---|----------------|
| RESUMEN | |
| CAPÍTULO I | 11 |
| 1.0 INTRODUCCIÓN | 12 |
| CAPÍTULO II | 13 |
| 2.0 OBJETIVOS | 14 |
| 2.1 Objetivo General | 14 |
| 2.2 Objetivos específicos | 14 |
| CAPÍTULO III | 15 |
| 3.0 MARCO TEÓRICO | 16 |
| 3.1 Fuentes comunes de agua | 16 |
| 3.2 Contaminantes del agua | 16 |
| 3.2.1 Fuentes contaminantes del agua | 17 |
| 3.3 Agua para consumo humano | 18 |
| 3.4 Hierro | 19 |
| 3.4.1 Problemas causados por la presencia de hierro en agua. | 20 |
| 3.5 Espectrofotómetro de absorción atómica | 21 |
| 3.5.1 Proceso que se da con la radiación y los elementos en el en el proceso de análisis . | 21 |
| 3.5.2 Dentro de los componentes de un espectrofotómetro de AA se encuentran los siguientes. | 22 |
| CAPÍTULO IV | 24 |
| 4.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS | 25 |
| 4.1 Protocolo para el desarrollo del método. | 25 |
| 4.1.1 Selección del título de la investigación: Delimitación del tema, asignación título para el método | 25 |
| 4.1.2 Actividades para el desarrollo del método. | 25 |
| 4.1.3 Identificación de estándares de hierro que mejor resultado expresen en el gráfico lineal. | 26 |
| 4.1.4 Instrucción técnica de preparación de reactivos. | 27 |
| 4.1.5 Procedimiento para el análisis hierro en agua. | 27 |

| | |
|--|----|
| 4.2 Redacción de informe que contenga los resultados experimentales del desarrollo del método. | 30 |
| 4.3 Resultados obtenidos | 32 |
| 4.3.1 Linealidad | 32 |
| 4.3.2 Exactitud | 34 |
| 4.3.3 Precisión (Repetibilidad) | 35 |
| 4.3.4 Límite de detección y Límite de cuantificación | 36 |
| CAPÍTULO V | 37 |
| 5.0 CONCLUSIONES | 38 |
| CAPITULO VI | 39 |
| 6.0 RECOMENDACIONES | 40 |
| REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS | |
| ANEXO | |

ÍNDICE DE FIGURAS

| Figura N^o | | Pág N^o |
|-----------------------------|---|--------------------------|
| 1 | La lámpara de cátodo hueco ³ | 22 |
| 2 | Esquema de funcionamiento del tubo fotomultiplicador ³ | 23 |
| 3 | Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 1. | 33 |
| 4 | Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 2 | 33 |
| 5 | Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 3 | 34 |
| 6 | Equipo Espectrofotometro de Absorción Atómica | 44 |

ÍNDICE DE TABLAS

| Tabla N^o | | Pág. N^o |
|----------------------------|---|---------------------------|
| 1 | En la table se muestran las temperaturas que se alcanzan con determinadas llamas ³ | 22 |
| 2 | Actividades para el desarrollo del método. | 25 |
| 3 | Resultados obtenidos en el parámetro Linealidad. | 32 |
| 4 | Resultados obtenidos en el parámetro Exactitud. | 34 |
| 5 | Resultados obtenidos en el parámetro Precisión (Repetitividad) . | 35 |
| 6 | Resultados obtenidos en el parámetro LD y LC | 36 |

ÍNDICE DE ANEXOS

Anexo N^o

- 1 Equipo Espectrofotometro de Absorción Atómica
- 2 Información general del equipó espectrofotometro de absorción atómica

ABREVIATURAS

Fe: Hierro

OSA: Organismo Salvadoreño de Acreditación

NSO: Norma Salvadoreña Obligatoria

RTS: Reglamento Técnico Salvadoreño

AA: Absorción Atómica

EAA: Espectrometría de Absorción Atómica

LD: Limite de Detección

LC: Limite de Cuantificación

LDM: Limite de Detección del Método

LCM: Limite de Cuantificación del Método

St: Estándar

RESUMEN

La investigación tuvo como objetivo, el desarrollo e implementación del método para la cuantificación de hierro en agua para consumo humano y agua envasada por espectrofotometría de absorción atómica con técnica de llama, con el cual se obtuvieron una serie de resultados para la verificación y funcionamiento del método como la linealidad se trabajó la curva de calibración por triplicado lo que se le asignó análisis 1, 2 y 3 para poder identificar cada uno de ellos, el coeficiente de correlación obtenido en el análisis 1, 2 y 3 respectivamente es: 1.0000, 1.0000, 1.0000, por lo tanto cumple para los tres análisis porque presentan un coeficiente de correlación ≥ 0.98 y la gráfica concentración vs respuesta analítica presenta comportamiento lineal. Para el parámetro de exactitud se trabajó con tres niveles (bajo, medio y alto) se evaluó el porcentaje de recuperación y para el nivel bajo, medio y alto presentaron un % de recuperación dentro de la especificación que es del 80 - 120 %, otro de los controles de desempeño que se evaluó fue el parámetro de precisión con el cual se trabajaron tres niveles (bajo, medio y alto) por lo que se aplicó una serie de formulas para obtener el coeficiente de variación porcentual dando como resultado para el nivel bajo: 4%, nivel medio: 3% y para el nivel alto: 4% y por ultimo en estudio el parámetro de límite de detección y límite de cuantificación como resultado para LD fue de 0.0553 mg/L lo que nos indica la minima cantidad de análito que puede detectare y para el LC es de 0.1677 mg/L lo que representa es la concentración mínima de un análito que puede medirse dentro de los límites de precisión y exactitud.

Se realizó una serie de estándares de 5 niveles a diferentes concentraciones y se analizó en el espectrofotómetro de absorción atómica utilizando la técnica de llama, observando la linealidad del gráfico y el coeficiente de correlación también se evaluó los parámetros de desempeño.

Con los resultados obtenidos en el parámetro de linealidad se recomienda al Laboratorio, según el criterio de aceptación que el coeficiente de correlación no debe ser menor a 0.98. Lo recomendable que el criterio de aceptación se aumente a 0.99 debido a que el método lo respalda.

CAPÍTULO I

1.0 INTRODUCCIÓN

El presente trabajo se realizó en el área fisico-químico, área encargada de análisis fisico-químico en alimentos y agua de consumo humano. Pero el de interés es en análisis fisico-químico de aguas en la cuantificación del ion hierro, aunque ya se realiza la cuantificación del ion hierro en el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental por el método Espectrofotométrico UV-VIS, y lo que se busca con un nuevo método es mejorar los resultados y facilitar el análisis.

Se realizó un estudio teórico práctico para el desarrollo e implementación del método analítico para la cuantificación de hierro en agua para consumo humano y agua envasada por espectrofotometría de absorción atómica técnica de llama, ya que el hierro presente en agua en grandes cantidades puede ser perjudicial para el ser humano. El límite máximo permisible para el analito es de 0.3 mg/L de acuerdo con la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13:07.02.08 agua envasada y Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 agua de consumo humano, en el que se establecen los valores de los parámetros indicadores para aguas de consumo humano.

Se llevó a cabo dentro de 6 meses en el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental, dentro del cual se recopiló información para la realización del producto final de la investigación, así mismo, el programa se desarrolló con la elaboración de un informe escrito donde se demuestra la confiabilidad de los resultados y del método implementado, de tal forma que el hierro presente en agua sea detectado y a la vez asegurar la calidad y el bien estar de los consumidores. La finalidad del desarrollo e implementación de un nuevo método para el Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental a que les facilite el análisis y a obtener mejor resultados.

CAPÍTULO II

2.0 OBJETIVOS

2.1 Objetivo General

- Desarrollar e implementar el método para la Cuantificación de Hierro en agua para consumo humano y agua envasada por Espectrofotometría de Absorción Atómica Técnica de llama.

2.2 Objetivos específicos

2.2.1 Elaborar el procedimiento para la Cuantificación de Hierro en agua para consumo humano y agua envasada por el método N° 3111⁸.

2.2.2 Ejecutar el procedimiento del método analítico para la Cuantificación de Hierro en agua para consumo humano y agua envasada por el método N° 3111⁸.

2.2.3 Evaluar los siguientes parámetros de desempeño. Según Organismo Salvadoreño de Acreditación, validación de métodos analítico fisicoquímico (G 9.6).

- Linealidad del método
- Exactitud
- Precisión
- Límite de detección
- Límite de cuantificación

2.2.4 Redactar un informe que contenga los resultados experimentales del desarrollo del método y la evaluación de los parámetros de desempeño.

- Linealidad del método
- Exactitud
- Precisión
- Límite de detección
- Límite de cuantificación

CAPÍTULO III

3.0 MARCO TEÓRICO

La presencia de hierro disuelto en el agua sucede de forma natural en aguas de procedencia subterránea o mineral. Dicha presencia a partir de una determinada concentración puede resultar contaminante y puede provocar que el agua no se encuentre en condiciones óptimas para el uso que se tiene previsto. Según el límite máximo permisible para el hierro es de 0.3 mg/L de acuerdo con la NSO 13:07.02.08 agua envasada⁶ y RST 13.02.01:14 agua de consumo humano⁵, en el que se establecen los valores de los parámetros indicadores para aguas de consumo humano.

3.1 Fuentes comunes de agua

- Pozos profundos: Normalmente son la mejor fuente de agua. Los problemas comunes que presentan son elevados niveles de hierro, manganeso y dureza.⁷
- Pozos poco profundos: Cercanos a cursos de aguas superficiales; los acuíferos de arena actúan como un filtro efectivo en la remoción de materia orgánica y de microorganismos.⁷
- Ríos: La calidad del agua depende del carácter de cuenca que drena, su grado de contaminación, la estación climática del año, y las condiciones climáticas diarias. Normalmente requiere el tratamiento más extenso y la mayor flexibilidad operacional que ninguna otra fuente.⁷
- Lagos y embalses: La calidad del agua depende del tamaño, profundidad, clima, hoyo, grado de eutrofización. Es una fuente de agua mejor que el río debido a que se facilita la auto purificación, en términos de reducción de turbidez, coliformes y color, además de la eliminación de grandes variaciones diarias en calidad.⁷

3.2 Contaminantes del agua

El acceso a agua limpia y segura es un derecho humano fundamental. Sin embargo, muchas comunidades se enfrentan al desafío de la falta de agua, lo que conlleva graves riesgos para la salud, impactos medioambientales y consecuencias económicas. Según estudios de las Naciones Unidas, hasta 1 de cada 4 personas no tiene acceso a agua potable.

3.2.1 Fuentes contaminantes del agua

- Las principales fuentes de la contaminación del agua se deben a aquellas actividades humanas que producen contaminación, pero también pueden intervenir fenómenos naturales.¹
- Actividades agrícolas: El uso de plaguicidas y fertilizantes, como así también los fallos en la gestión de los residuos animales pueden contaminar el agua por escorrentía y lixiviación. Cuando el agua de lluvia cae sobre campos tratados con pesticidas y fertilizantes, puede arrastrar estas sustancias químicas a los arroyos, ríos y acuíferos cercanos. Igualmente, los residuos animales de los cebaderos y granjas pueden contener bacterias, virus y parásitos que pueden contaminar las fuentes de agua si no se gestionan adecuadamente.¹
- Residuos industriales: Las industrias generan diversos productos químicos y metales pesados como subproductos de sus operaciones. Si estos materiales no se eliminan o almacenan adecuadamente, pueden filtrarse a las fuentes de agua cercanas, contaminándolas. Las fugas de los tanques de almacenamiento subterráneos, como aquellos utilizados para almacenar gasolina y petróleo, también pueden contribuir a la contaminación de las aguas subterráneas.¹
- Aguas residuales o sépticas: Los residuos humanos, así como los procedentes de la industria y la agricultura, pueden ingresar en las fuentes de agua a través de los vertidos de las plantas de tratamiento de aguas residuales y los sistemas sépticos. Las aguas residuales mal tratadas pueden contener una amplia gama de contaminantes, como bacterias, virus y sustancias químicas, que pueden suponer un riesgo para la salud humana y el medio ambiente.¹
- Eventos naturales: Las tormentas, terremotos y erupciones volcánicas también pueden producir contaminación del agua. Algunos de estos sucesos se ven acentuados indirectamente por la acción humana, como el aumento de la intensidad de las tormentas debido al cambio climático o los corrimientos de tierra provocados no sólo por la lluvia sino también por un uso inadecuado del suelo. Otros de estos fenómenos naturales son más o menos ajenos a la actividad humana, como es el caso de las erupciones volcánicas y terremotos. Estos fenómenos pueden alterar las fuentes de agua, provocando la escorrentía de sedimentos y la contaminación por sustancias químicas, metales pesados y otros contaminantes. También pueden causar daños físicos a las instalaciones de tratamiento del agua, dificultando su correcto tratamiento para un uso seguro.¹
- La minería: El proceso de extracción de minerales y metales de la tierra suele ser intensivo, consume grandes cantidades de agua y libera muchos subproductos potencialmente tóxicos que también pueden contribuir a la contaminación del agua. Durante el proceso de extracción

pueden liberarse metales pesados y otros contaminantes en las fuentes de agua cercanas, lo que supone un riesgo para la salud humana y el medio ambiente.¹

- Urbanización: A medida que las zonas urbanas se expanden a través de la construcción y desarrollos inmobiliarios, pueden provocar la escorrentía de sedimentos, los cuales pueden transportar productos químicos, metales pesados y otros contaminantes a las fuentes de agua cercanas. Además, el mayor uso de productos de limpieza doméstica y artículos de cuidado personal en las zonas urbanas puede aumentar los niveles de contaminación química del agua.¹

3.3 Agua para consumo humano

Agua que cumple con los valores de los parámetros microbiológicos, físicos, químicos y radiológicos establecidos en el reglamento técnico salvadoreño y que puede ser utilizada para todo uso doméstico incluida la higiene personal y no represente riesgos para la salud. El agua apta para consumo humano debe cumplir las siguientes características: Físicas, químicas, microbiológicas y radiológicas, que son sometidas a medición para determinar condiciones de calidad e inocuidad en el agua.

Las principales características del agua son comunes a sus diferentes tipos, pero el agua resulta muy particular debido al consumo humano que se hace de ella y sus implicaciones en la salud. Además de tener en cuenta la calidad del agua para medirla, para considerar que cierta agua se considere para consumo humano, hay una serie de evaluaciones que se debe de realizar de rigor.²

- Debe ser limpia y segura. Para su consumo y su uso en la producción de otros alimentos no puede presentar ningún riesgo de contraer cualquier enfermedad.²
- Debe ser incolora. El agua potable ha de ser transparente, aunque a veces, por el cloro, pueda parecer blanquecina.²
- Debe ser inodora. No puede incluir nada en su composición que pueda generar olor en ella.²
- Debe ser insípida. No puede tener sabor. Si lo tiene, existe algún elemento en la composición que lo está generando.²
- Carecer de elementos en suspensión. El agua potable no puede presentar turbiedad alguna, salvo aquella que provoque la presión de las tuberías. En este caso, deberá desaparecer en un breve lapso de tiempo.²
- Libre de contaminantes orgánicos, inorgánicos o radiactivos.²
- Mantener una proporción determinada de gases y sales inorgánicas disueltas.²

- No debe contener microorganismos patógenos que puedan poner en peligro la salud. Para ello se deben realizar análisis exhaustivos sobre la concentración de bacterias coliformes y otras de origen fecal.²

3.4 Hierro

El hierro es un metal que fue descubierto en el año 1500 a.C., es uno de los metales más abundantes de la corteza terrestre, se encuentra en concentraciones que oscilan entre 0.5 a 50mg/l en las aguas corrientes naturales.⁷

Se encuentra en la naturaleza formando parte de numerosos minerales, entre ellos muchos óxidos, y raramente se encuentra libre. Para obtener hierro en estado elemental, los óxidos se reducen con carbono y luego es sometido a un proceso de refinado para eliminar las impurezas presentes.

Las aguas subterráneas presentan concentraciones de hierro alcanzando valores de hasta 10mg/l ya que la materia orgánica del suelo absorbe el oxígeno disuelto del agua, normalmente las aguas con gran carga orgánica suelen tener más hierro produciéndose así asociaciones y complejos entre ellos, cuya eliminación y potabilización puede ser problemática. Por otro lado, las aguas minerales y termominerales pueden contener más de 10mg/l de hierro.⁷

En las aguas superficiales se puede encontrar hasta 0.5mg/l de hierro, que puede ser producto de la lixiviación de terrenos atravesados o bien de contaminaciones industriales; es posible también encontrar hierro en el agua potable, debido a la utilización de coagulantes de hierro, a la corrosión de tuberías de acero y hierro fundido de la red de distribución.

El hierro total puede encontrarse como:

- Hierro en suspensión → En estado férrico principalmente.
- Hierro disuelto → Hierro en estado férrico solubilizado.

Dependiendo del valor de pH y de la concentración de oxígeno, el hierro puede estar presente bajo la forma férrica y ferrosa. A pH neutro y en presencia de oxígeno, el hierro ferroso soluble (Fe^{2+}) es oxidado a hierro férrico (Fe^{3+}), el mismo que rápidamente es hidrolizado bajo la forma de un precipitado insoluble como hidróxido férrico $\text{Fe}(\text{OH})_3$. A valores de pH

por debajo de 6.0, la tasa de oxidación del hierro ferroso hacia hierro férrico es extremadamente lenta.⁷

El hierro ferroso y el férrico pueden también solubilizarse en presencia de cianuro dando lugar a los complejos ferro o ferricianatos. Estos compuestos presentan considerables dificultades para ser removidas. El hierro se puede encontrar bajo diferentes formas en el agua. En las condiciones habituales de pH (4,5 y 9), el hierro soluble está presente generalmente en estado ferroso. Si el medio es reductor como en la mayoría de las aguas subterráneas, el hierro ferroso puede llegar a alcanzar cantidades elevadas. Por otro lado, el hierro férrico, no es soluble de un modo significativo, aunque para valores de pH inferiores 4 puede llegar a serlo.⁷

Técnicas de análisis del hierro

- Método colorimétrico (fenantrolina).
- Método por absorción atómica.
- Método de plasma de acoplamiento inductivo.

3.4.1 Problemas causados por la presencia de hierro en agua.

Desde el punto de vista fisiológico el hierro es un oligoelemento que juega un papel fundamental en la vida, elemento indispensable para nuestra nutrición pues un número importante de proteínas lo contienen, por ejemplo, la hemoglobina, los citocromos y numerosas enzimas de óxido-reducción.

En las aguas subterráneas anaerobias puede haber concentraciones de hierro ferroso de hasta varios miligramos por litro sin que se manifieste alteración alguna del color ni turbidez al bombearla directamente desde un pozo. Sin embargo, al entrar en contacto con la atmósfera, el hierro ferroso se oxida a férrico, tiñendo el agua de un color marrón rojizo no deseable.

El hierro también potencia la proliferación de bacterias ferruginosas, que obtienen su energía de la oxidación del hierro ferroso a férrico y que, en su actividad, depositan una capa viscosa en las tuberías.

En el agua potable el hierro, se presenta por corrosión de las tuberías de distribución de aguas, en estos fenómenos intervienen las bacterias férricas las cuales propician la aparición de ciertas características en el agua como:

- Sabor metálico.
- Color marrón rojizo.
- Turbidez.
- Manchas en la ropa lavada y en artefactos sanitarios.

La ingestión de grandes cantidades de hierro provoca hemocromatosis, enfermedad caracterizada por lesiones reversibles de diversa gravedad en varios tejidos, mientras que la deficiencia de hierro puede provocar enfermedades como la anemia, lo que convierte al hierro en un elemento indispensable para la salud en cantidades apropiadas.

3.5 Espectrofotómetro de absorción atómica

La espectrometría de absorción atómica es una técnica capaz de detectar y determinar cuantitativamente los metales del sistema periódico, dado que utiliza la absorción de la luz para medir la longitud de onda específica de cada átomo.

La sensibilidad de la técnica permite identificar pequeñas concentraciones de cada metal, desde mg/L a $\mu\text{g/L}$.

Todas las especies cuentan con un estado de baja energía al cual se le denomina estado fundamental y un estado excitado con alta energía.

3.5.1 Proceso que se da con la radiación y los elementos en el en el proceso de análisis .

En teoría atómica cuántica se postula la existencia, en el interior del átomo, de un núcleo formado por protones de carga positiva y neutrones o partículas eléctricamente neutras, en torno al cual se mueven los electrones o cargas elementales negativas en diversos orbitales o niveles de energía. Así, el método de absorción atómica se basa en la diferente capacidad de absorción de radiación de los átomos de los distintos elementos en estado fundamental, en presencia de átomos excitados del mismo tipo. Se llama estado fundamental de un átomo a una disposición de los electrones en sus órbitas de mínima energía, que son las más próximas al núcleo atómico; un átomo excitado, por el contrario, posee electrones que ocupan las órbitas más alejadas y dejan vacías algunas de las interiores. Cuando un átomo recibe una radiación electromagnética (luz visible, infrarroja, rayos X, etc.) de la frecuencia o longitud de onda adecuada, absorbe un fotón, que es un cuanto o cantidad mínima e indivisible de energía

electromagnética, y pasa a un estado excitado al transferir uno de sus electrones interiores a una órbita más alejada.⁷

3.5.2 Dentro de los componentes de un espectrofotómetro de AA se encuentran los siguientes.

- Lámpara de cátodo hueco.

Las lámparas de cátodo hueco son un tipo de lámparas de descarga. Toman su nombre de la forma de copa del cátodo, hecho del elemento de interés. La descarga eléctrica ioniza los átomos gaseosos, que son acelerados al cátodo y desprenden átomos del metal a la fase gaseosa. Estos colisionan con átomos de gas o electrones, se excitan a niveles electrónicos superiores y emiten luz al regresar a sus niveles inferiores.³

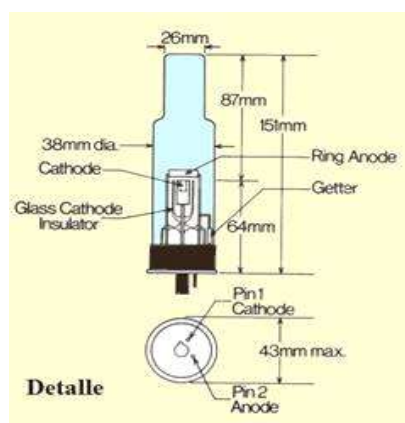


Figura N° 1. La lámpara de cátodo hueco³

- Llama.

La llama provee una fuente de alta temperatura para la desolvatación y vaporización de la muestra para obtener átomos libres para el análisis espectroscópico. En la espectroscopía de absorción atómica es deseable que los átomos estén en su estado base. En la espectroscopía de emisión la llama debe excitar también a los átomos a niveles energéticos superiores. En la tabla se muestran las temperaturas que se alcanzan con determinadas llamas.³

Tabla N° 1. En la table se muestran las temperaturas que se alcanzan con determinadas llamas³

| Combustible | Oxidante | Temperatura (°K) |
|-------------------------------|------------------|------------------|
| H ₂ | Air | 2000-2100 |
| C ₂ H ₂ | Air | 2100-2400 |
| H ₂ | O ₂ | 2600-2700 |
| C ₂ H ₂ | N ₂ O | 2600-2800 |

- Monocromador.

Es el encargado de lograr un haz de luz que incida en el detector con la monocromaticidad necesaria. En EAA no se necesitan monocromadores de muy alta resolución. Un parámetro de importancia es la salida de luz que dé, para obtener buenas señales.³ Los anchos de slit más utilizados en EAA son de 0.2, 0.5 y 1.0 nm. Las menores aberturas de slit se utilizan cuando se necesita resolver líneas cercanas.

- Fotomultiplicador

Se llama fotomultiplicador, tubo fotomultiplicador o por sus siglas en inglés PMT (Photo Multiplier Tube) a un tipo de detector óptico de vacío que aprovecha el efecto de emisión secundaria de electrones para responder a niveles muy bajos de iluminación, manteniendo un nivel de ruido aceptable. Con la llegada de los dispositivos de carga acoplada y su gran eficiencia cuántica, los fotomultiplicadores han visto reducirse grandemente sus aplicaciones, quedando prácticamente reducidas a los detectores de partículas.³

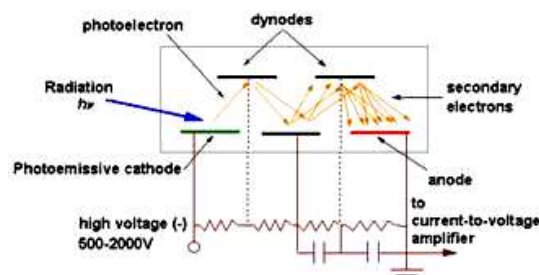


Figura N^o 2. Esquema de funcionamiento del tubo fotomultiplicador³

CAPÍTULO IV

4.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

4.1 Protocolo para el desarrollo del método.

4.1.1 Selección del título de la investigación: Delimitación del tema, asignación título para el método

Título: Método N° 3111.

4.1.2 Actividades para el desarrollo del método.

A continuación, se presenta una tabla detallando las actividades para el desarrollo del método de cuantificación de hierro en agua.

Tabla N° 2. Actividades para el desarrollo del método.

| No | ACTIVIDAD |
|----|--|
| 1 | Capacitación y lectura de fuentes bibliográficas en análisis de hierro en agua por espectrofotometría de absorción atómica técnica de llama. |
| 2 | Capacitación en el análisis de hierro en agua por espectrofotometría de absorción atómica técnica de llama |
| 3 | Capacitación para el manejo de equipo. |
| 4 | Preparación de reactivos. |

| Tabla N° 2. Continuación. | |
|----------------------------------|---|
| 5 | Selección de las concentraciones de estándares para la curva de calibración. |
| 6 | Lectura de estándares de hierro a diferentes concentraciones. |
| 7 | Lectura de curva de calibración. |
| 8 | Verificación de estabilidad de estándares de hierro. |
| 9 | Lectura de hierro en muestras de agua potable y agua envasada. |
| 10 | Determinación de parámetros de calidad: linealidad del método, exactitud, precisión, LD y LC. |
| 11 | Elaboración de reporte de resultados experimentales obtenidos en el desarrollo del método. |
| 12 | Implementación del método. |

4.1.3 Identificación de estándares de hierro que mejor resultado expresen en el gráfico lineal.

Se preparo 5 niveles a diferentes concentraciones del estándar de hierro, luego se analizo en el espectrofotometro de absorción atómica y se verifico el gráfico lineal y el coeficiente de correlación, bien si se observo en el gráfico un punto muy lejano a la recta se prosiguió a la modificación en la concentración de nivel que se detecta, hasta obtener una curva de calibración donde los 5 niveles preparado a diferentes concentraciones den un gráfico lineal nítido y su respectivo coeficiente de correlación este dentro de la especificación.

4.1.4 Instrucción técnica de preparación de reactivos.

El procedimiento para la preparación de reactivo y curva de calibración a ser utilizados en la metodología se registro en documentos del laboratorio.

Para poder verificar la vida media del la curva de calibración o la estabilidad de esta, la soluciones preparadas a diferentes concentraciones se resguardaron por periodos de una semana y por un mes, luego de estos tiempos se analizo la curva de calibración observando el gráfico lineal y el coeficiente de correlación, determinando que estas soluciones eran estables por un mes.

4.1.5 Procedimiento para el análisis hierro en agua.

| | | |
|---|-------------------|--------------------------|
| Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos Región Oriental | | |
| Método de Análisis para la Cuantificación de Hierro Total en Agua por Espectrofotometría de Absorción Atómica Técnica de Llama | | Página: |
| Código: | Fecha de emisión: | Cambio N ⁰ : |
| | | Versión N ⁰ : |

1. PROPÓSITO: El propósito de este método de análisis es cuantificar el hierro presente en muestras de agua envasada y agua potable por espectrofotometría de absorción atómica. La muestra es aspirada y se atomiza en una llama. El haz de luz de una lámpara de cátodo hueco de hierro se dirige a través de la llama a un monocromador y a un detector que mide la cantidad de luz absorbida.

La absorbancia depende de la presencia de átomos libres al estado fundamental en la llama. El metal (Hierro) tiene su propia longitud de onda de absorción característica, lo que proporciona un método relativamente libre de interferencias o de radiación. La cantidad de energía absorbida en la llama a una longitud de onda característica es proporcional a la concentración del elemento en la muestra en un intervalo de concentración limitado.

2. ALCANCE:

El método se aplica para la cuantificación de hierro en muestras de agua potable y agua envasada. Basado en:

Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 agua de consumo humano y la Norma Salvadoreña Obligatoria para agua envasada (NSO 13:07.02.08) establece el valor máximo admisible de 0.3mg/L.

3. DOCUMENTOS DE REFERENCIA:

- The Perkin Elmer Corporation. Analytical methods for atomic absorption spectroscopy 1994.
- American Public Health Association. Standard methods for the examination of water and wastewater. 2022. Edition.24.
- Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 agua de consumo humano.
- Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13:07.02.08. Agua envasada.

4. INTERFERENCIAS Y LIMITACIONES:

Las interferencias que se pueden producir en espectroscopia de absorción atómica, la temperatura del ambiente ya que por las altas temperaturas se puede sobre calentar el equipo de EAA.

5. TOMA Y PRESERVACION DE LA MUESTRA:

La toma de muestra es responsabilidad del inspector de salud, establecido en el manual de toma, manejo y envío de muestra.

6. MATERIAL Y EQUIPO:

- Tubos cónicos de 50 ml
- Tubos cónicos de 15 ml
- Micropipeta electrónica 50 - 1000 μ L
- Beaker de 50 ml, 100 ml
- Espectrofotómetro de absorción atómica
- Lámpara de cátodo hueco de Hierro

7. REACTIVOS:

- Estándar de Hierro (Fe)
- Agua ultra pura
- Ácido nítrico (HNO_3) 2%
- Acetileno (C_2H_2) de calidad Absorción Atómica.

8. PROCEDIMIENTO DE OPERACIÓN:

- Cargar la bandeja del automuestreador con los tubos conteniendo las soluciones estándares, blanco y muestras.
- Abrir las llaves del compresor y gas.
- Encender el equipo, computadora, automuestreador.
- Abrir el programa.
- Esperar a que se estabilice el equipo.
- Encender la lámpara (Fe) y esperar 10 min a que calibre.
- Anotar la energía de la lámpara cada vez que se utilice.
- Entrar al espacio de trabajo, buscar el método o crear uno nuevo.
- Revisar las condiciones como: Longitud de onda (248.3), Slit, tiempo que tarda la muestra en llegar.
- Dar clic en la opción Sample Information file para colocar número de muestra y posición.
- Luego dar clic en File para guardar la información de la muestra.
- Encender el extractor.
- Purgar el equipo dando clic en Bleed gases.
- Encender la llama.
- Aspirar del lavado en este caso agua ultra pura.
- Dar clic en la opción Calibración. Y automáticamente aspirara el blanco y las soluciones estándares.
- Observar la linealidad de la curva de calibración en la pantalla mediante el factor de correlación de 0.995.
- Dar clic en Analyze sample, automáticamente el equipo aspirara una a una de las muestras. A la vez registrara la concentración de Hierro.
- Apagar la llama dando clic en el interruptor.
- Cerrar las llaves del gas y compresor.
- Purgar el equipo dando clic en Bleed gases, se debe purgar por dos veces si no se seguirá trabajando.
- Los resultados se imprimen automáticamente y se graba.

9. CALCULOS:

El equipo espectrofotómetro de absorción atómica (AA 800) está equipado con un software especializado (WinLab32) que realiza los cálculos de las concentraciones de hierro en la muestra por medio de operaciones matemáticas automatizadas.

10. INFORME DE RESULTADOS:

Los resultados analíticos obtenidos de este análisis se reportarán en el formato de informe de resultados.

11. CONTROL DE LA EXACTITUD:

Por cada 20 muestras se debe de analizar un estándar control QC preparado en el laboratorio. Se compara el resultado con el valor de referencia, cuando el resultado no se encuentra dentro del rango de aceptación como recuperación dado por el equipo se debe de revisar el procedimiento y si es necesario se repite el análisis.

4.2 Redacción de informe que contenga los resultados experimentales del desarrollo del método.

A continuación se describe brevemente los parámetros de desempeño realizados para el desarrollo e implementación del método, donde se detalla el criterio de aceptación en base a las tablas de validación de la OSA.

4.2.1 Linealidad

Es la capacidad de un método analítico para dar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito dentro de un intervalo dado.⁴

Para la evaluación de este parámetro se colocaron en el equipo EAA estándares con diferentes concentraciones para establecer los valores de una curva de calibración.

Criterios de aceptación:

- Comportamiento de la gráfica de concentración vs respuesta analítica.
- Coeficiente de correlación $r \geq 0.98$.⁴

4.2.2 Exactitud

La evaluación práctica de la exactitud se fundamenta en la comparación de la media de los resultados de un método con relación a valores conocidos, es decir, la veracidad se determina contra un valor de referencia. Se utiliza como referencia un blanco adicionado con nivel de concentración bajo, medio y alto.⁴

El nivel bajo y alto se trabajó por triplicado y nivel medio por sextuplicado.

Criterio de aceptación: El valor de recuperación dentro del intervalo de trabajo del 80 al 120%.⁴

4.2.3 Precisión

Precisión en condiciones de repetitividad, estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas (un mismo analista, mismos aparatos y reactivos, etc.) en un mismo laboratorio y en un periodo de tiempo corto.⁴

Criterio de aceptación: Coeficiente de variación porcentual $< 10\%$.⁴

4.2.4 Límite de detección y Límite de cuantificación.

Cuando las mediciones se realizan a concentraciones bajas, existen tres conceptos generales a considerar. En primer lugar, puede ser necesario establecer un valor de resultados que es considerado un nivel de analito significativamente diferente a cero. En segundo lugar, es importante conocer la concentración más baja del analito que puede ser detectada por el método a un nivel de confianza especificado. En tercer lugar, es adicionalmente importante establecer el nivel más bajo en el cual el desempeño es aceptable para una aplicación típica. Este tercer concepto usualmente es referido como límite de cuantificación.⁴

INFORME DE RESULTADOS: Para la realización de los parámetros se siguieron las pautas descritas en el protocolo de desarrollo del método.

Analito: Estándar certificado de hierro.

Parámetros evaluados y criterios de aceptación:

– Linealidad.

Comportamiento de la gráfica de concentración vs respuesta analítica.

Coefficiente de correlación $r \geq 0.98$.

– Exactitud.

El valor de recuperación dentro del intervalo de trabajo del 80 al 120%.

– Precisión (Repetitividad).

Coefficiente de variación porcentual $< 10\%$.

– LD y LC.

4.3 Resultados obtenidos

4.3.1 Linealidad

Se realizó tres series de distintos puntos de concentración y en cada uno de ellos se estableció la curva de calibración dando un coeficiente de correlación de 1.0000. (Ver tabla N° 3).

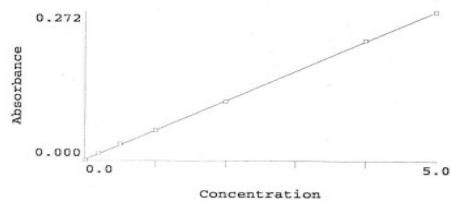
Utilizando un blanco, St 0.2, St 0.5, St 1.0, St 2.0 y St 5.0 mg/L, obteniendo los respectivos coeficientes de correlación, pendientes y el intercepto. Todo esto es lo que corresponde al análisis 1, 2 y 3.

Tabla N° 3. Resultados obtenidos en el parámetro Linealidad.

| Análisis | r | Criterio de aceptación |
|------------|--------|------------------------|
| Análisis 1 | 1.0000 | Cumple |
| Análisis 2 | 1.0000 | Cumple |
| Análisis 3 | 1.0000 | Cumple |

El método cumple para el análisis 1,2 y 3 con el parámetro de linealidad para cada análisis, presenta $r \geq 0.98$ y la gráfica concentración vs respuesta analítica presenta comportamiento lineal.

Análisis 1



Calibration data for Fe 248.3

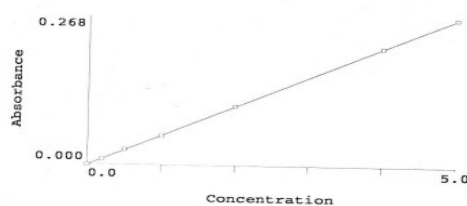
| ID | Mean Signal (Abs) | Entered Conc. mg/L | Calculated Conc. mg/L | Standard Deviation | %RSD |
|-------------------|-------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|------|
| Blanco | 0.0000 | 0 | -0.029 | 0.00 | 0.0 |
| St. 0.2 HCl546038 | 0.0137 | 0.2 | 0.223 | 0.00 | 7.1 |
| St. 0.5 HCl546038 | 0.0301 | 0.5 | 0.527 | 0.00 | 5.0 |
| St. 1.0 HCl546038 | 0.0554 | 1.0 | 0.993 | 0.00 | 0.7 |
| St. 2.0 HCl546038 | 0.1083 | 2.0 | 1.971 | 0.00 | 0.8 |
| St. 4.0 HCl546038 | 0.2196 | 4.0 | 4.026 | 0.00 | 0.3 |
| St. 5.0 HCl546038 | 0.2718 | 5.0 | 4.989 | 0.00 | 0.7 |

Equation: Linear, Calculated Intercept
 Correlation Coef.: 0.999918 Slope: 0.05416 Intercept: 0.00158

Figura N^o 3. Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 1.

$r = 1.0000$

Análisis 2



Calibration data for Fe 248.3

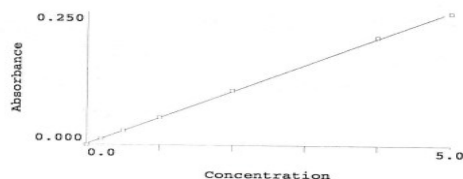
| ID | Mean Signal (Abs) | Entered Conc. mg/L | Calculated Conc. mg/L | Standard Deviation | %RSD |
|-------------------|-------------------|--------------------|-----------------------|--------------------|------|
| Blanco | 0.0000 | 0 | 0.010 | 0.00 | 0.1 |
| St. 0.2 HCl546038 | 0.0097 | 0.2 | 0.191 | 0.00 | 4.6 |
| St. 0.5 HCl546038 | 0.0270 | 0.5 | 0.512 | 0.00 | 2.0 |
| St. 1.0 HCl546038 | 0.0522 | 1.0 | 0.981 | 0.00 | 0.0 |
| St. 2.0 HCl546038 | 0.1073 | 2.0 | 2.006 | 0.00 | 0.6 |
| St. 4.0 HCl546038 | 0.2145 | 4.0 | 4.001 | 0.00 | 0.2 |
| St. 5.0 HCl546038 | 0.2682 | 5.0 | 5.000 | 0.00 | 0.2 |

Equation: Linear, Calculated Intercept
 Correlation Coef.: 0.999984 Slope: 0.05375 Intercept: -0.00052

Figura N^o 4. Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 2.

$r = 1.0000$

Análisis 3



| Calibration data for Fe 248.3 | | | Equation: Linear, Calculated Intercept | | |
|-------------------------------|-------------------|--------------------|--|--------------------|------|
| ID | Mean Signal (Abs) | Entered Conc. mg/L | Calculated Conc. mg/L | Standard Deviation | %RSD |
| Blanco | 0.0000 | 0 | -0.034 | 0.00 | 0.1 |
| St. 0.2 HCl546038 | 0.0115 | 0.2 | 0.196 | 0.00 | 14.2 |
| St. 0.5 HCl546038 | 0.0270 | 0.5 | 0.505 | 0.00 | 2.8 |
| St. 1.0 HCl546038 | 0.0520 | 1.0 | 1.002 | 0.00 | 2.3 |
| St. 2.0 HCl546038 | 0.1039 | 2.0 | 2.037 | 0.00 | 0.1 |
| St. 4.0 HCl546038 | 0.2045 | 4.0 | 4.043 | 0.00 | 0.4 |
| St. 5.0 HCl546038 | 0.2500 | 5.0 | 4.950 | 0.00 | 0.9 |
| Correlation Coef.: 0.999852 | | Slope: 0.05017 | | Intercept: 0.00169 | |

Figura N^o 5. Gráfico de concentración vs respuesta analítica para el análisis 3.

$r = 1.0000$

4.3.2 Exactitud

Tabla N^o 4. Resultados obtenidos en el parámetro Exactitud.

| Nivel | %Recuperación (80 - 120) % del valor de la especificación | Criterio de aceptación |
|--|---|------------------------|
| Bajo | 113.6 | Cumple |
| | 107.2 | |
| | 106.4 | |
| Medio | 98.27 | Cumple |
| | 92.27 | |
| | 97.20 | |
| | 99.00 | |
| | 97.33 | |
| | 96.73 | |
| Alto | 92.97 | Cumple |
| | 95.73 | |
| | 95.20 | |
| % Recuperación se calculó de la siguiente formula: $\%R = (CSt/CE) * 100$ %R= Porcentaje de recuperación CSt= concentración de estándar CE=Concentración esperada | | |

El método cumple con los parámetros de exactitud para los tres niveles (bajo, medio y alto). Los niveles mencionados anteriormente, los porcentajes de recuperación se encuentran dentro de rango 80 - 120 % del valor de la especificación.

4.3.3 Precisión (Repetibilidad)

Tabla N° 5. Resultados obtenidos en el parámetro Precisión (Repetitividad) .

| Nivel | Valores obtenidos mg/L | Desviación estándar % | Coefficiente de variación %CV | Criterio de aceptación |
|-----------------------------------|---------------------------|--------------------------|----------------------------------|---------------------------|
| Bajo | 0.253 | 0.0098 | 4% | Cumple |
| | 0.244 | | | |
| | 0.247 | | | |
| | 0.267 | | | |
| | 0.243 | | | |
| | 0.266 | | | |
| Medio | 1.419 | 0.0459 | 3% | Cumple |
| | 1.34 | | | |
| | 1.465 | | | |
| | 1.472 | | | |
| | 1.458 | | | |
| | 1.459 | | | |
| Alto | 2.816 | 0.1132 | 4% | Cumple |
| | 2.889 | | | |
| | 2.86 | | | |
| | 3.077 | | | |
| | 3.092 | | | |
| | 3.061 | | | |
| Criterio de aceptación CV < 10 %. | | | | |

En el método cumple con los parámetros de Precisión para cada nivel (bajo, medio y alto) todos los porcentajes de coeficiente de variación se encuentran dentro del < 10 %.

En el nivel 1 y 4 fueron los que presentaron mayor coeficiente de variación en los tres niveles evaluados.

Los cálculos realizados para la desviación estándar y coeficiente de variación porcentual fueron efectuados en hoja de cálculo Excel.

4.3.4 Límite de detección y Límite de cuantificación

Tabla N° 6. Resultados obtenidos en el parámetro LD y LC

| Replica | C calc: mg/L |
|------------------|--------------|
| 1 | 0.190 |
| 2 | 0.185 |
| 3 | 0.217 |
| 4 | 0.211 |
| 5 | 0.235 |
| 6 | 0.204 |
| 7 | 0.211 |
| 8 | 0.208 |
| 9 | 0.238 |
| 10 | 0.215 |
| DESV. EST | 0.0168 |
| LDM | 0.0553 mg/L |
| LCM | 0.1677 mg/L |

Los resultados obtenidos en LD (0.0553 mg/L) lo que significa que es una mínima cantidad de análito que puede detectarse, y para el LC (0.1677 mg/L) es la concentración mínima de un análito que puede medirse dentro de los límites de precisión y exactitud.

Formulas utilizadas para el cálculo LD Y LC.

$$LD = \frac{3.3 * sb}{m} \quad LC = \frac{10 * sb}{m}$$

En términos generales el desarrollo e implementación del método se logró la expectativa a que el equipo respondiera al método creado dando resultados a las especificaciones o criterios de aceptación superando estos, lo que significa que el equipo respalda los resultados obtenidos en cada uno de los parámetros de desempeño.

CAPÍTULO V

5.0 CONCLUSIONES

1. Considerando la importancia que tiene esta investigación al Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental, y en función a los resultados obtenidos en el desarrollo de los parámetros de desempeño como por ejemplo el parámetro de linealidad se trabajó la curva de calibración por triplicado lo que se le asignó análisis 1, 2 y 3 para identificar cada uno de ellos, el coeficiente de correlación obtenido en el análisis 1, 2 y 3 respectivamente es: 1.0000, 1.0000, 1.0000, por lo tanto cumple para los tres análisis porque presentan un coeficiente de correlación ≥ 0.98 y la gráfica concentración vs respuesta analítica presenta comportamiento lineal.
2. Como resultado en el parámetro de precisión en el cual se trabajó con tres niveles (bajo, medio y alto) por lo que se aplicó una serie de formulas para obtener el coeficiente de variación porcentual dando como resultado para el nivel bajo: 4%, nivel medio: 3% y para el nivel alto: 4%. demostrando una vez más que el equipo supera las expectativas ya que el criterio de aceptación para este parámetro es de $CV < 10 \%$.
3. Por lo tanto, el desarrollo e implementación del método fue muy aceptable en cuando a respuesta, logrando a que el equipo respondiera al método creado dando resultados a las especificaciones o criterios de aceptación superando estos.

CAPITULO VI

6.0 RECOMENDACIONES

1. En base al estudio teórico práctico, se recomienda al Laboratorio de Control de Calidad de Alimentos de la Región Oriental a poner en práctica el método desarrollado para la cuantificación de hierro en agua por Espectrofotometría de Absorción Atómica Técnica de llama, ya que da cumplimiento a los parámetros de control de calidad que se evaluaron.
2. Con los resultados obtenidos en el parámetro de linealidad se recomienda al Laboratorio, según el criterio de aceptación que el coeficiente de correlación no debe ser menor a 0.98. Lo recomendable que el criterio de aceptación se aumente a 0.99 debido a que el método lo respalda.
3. Debido a que los coeficientes de variación obtenidos tanto para niveles bajo, medio y alto son todavía menores al criterio de aceptación establecidos se puede disminuir a que el CV sea aceptables a $< 6 \%$.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. Azrina. Water contamination – Types, sources, effects, solutions [Internet]. LG Sonic. 2023 [citado el 27 de agosto de 2023]. Disponible en:
<https://www.lgsonic.com/es/contaminacion-del-agua/>
2. Fundación Aquae [Internet]. Características del agua potable y cómo se obtiene; 2021 [consultado el 28 de agosto de 2023]. Disponible en:
<https://www.fundacionaquae.org/wiki/caracteristicas-agua-potable/>
3. Los componentes de un espectrofo [Internet]. Orgfree.com. [citado el 11 de diciembre de 2023]. Disponible en:
<https://navarrof.orgfree.com/Docencia/AnalisisInstrumental/UT2/EAA3.htm>
4. Organismo Salvadoreño de Acreditación [Internet]. Gob.sv. 2017 [citado el 25 de julio de 2023]. Disponible en:
<https://www.osa.gob.sv/>
5. Reglamento Técnico Salvadoreño. Descargas [Internet]. osartec.gob.sv. 2021 [citado el 11 de julio de 2023]. Disponible en:
<https://osartec.gob.sv/descargas/>
6. Norma Salvadoreña Obligatoria [Internet]. gob.sv. [citado el 26 julio de 2023]. Disponible en:
<https://www.defensoria.gob.sv/images/stories/varios/NORMAS/AGUA/NSO13.07.02.08%20AGUA%20ENVASADA.pdf>
7. Por P, Edilberto, Pacheco Villegas J, Torres M, director J, Lans E, et al. VALIDACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO (Fe) TOTAL Y MANGANESO (Mn) EN AGUA POTABLE, NATURAL Y RESIDUAL POR

ESPECTROSCOPIA DE ABSORCIÓN ATÓMICA [Internet]. educo.co [citado el 27 de agosto de 2023]. Disponible en:

<https://repositorio.unicordoba.edu.co/server/api/core/bitstreams/c5f321d0-8033-45cc-bc67-e04fcf1e4684/content>

8. Association AP. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater; 24^a ed. APHA, AWWA, WEF; 2022.

ANEXOS

ANEXO N° 1



Figura N° 6. Equipo Espectrofotometro de Absorción Atómica

ANEXO N° 2

Información general del equipó espectrofotómetro de absorción atómica



AAAnalyst 600 and AAAnalyst 800 Atomic Absorption Spectrometers Performance Specifications

System design

The AAAnalyst™ 600 and AAAnalyst 800 are the first fully-integrated benchtop design atomic absorption spectrometers, incorporating all spectrometer and atomizer components in a single instrument.

Optical system

Front-surfaced, reflecting optics with protective coating. Optical system sealed within protective cover.

AAAnalyst 800: Real-time double-beam optical system (single-beam for Zeeman furnace operation)

AAAnalyst 600: Single-beam optical system

Monochromator Littrow design with motorized drive for automatic wavelength selection and peaking.

- Wavelength range: 190-900 nm
- Diffraction grating: 1800 lines/mm blazed at 236 nm and 597 nm
- Grating area: 64 x 72 mm
- Reciprocal linear dispersion: 1.6 nm/mm (nominal)
- Focal length: 267 mm
- Spectral bandwidths: 0.2, 0.7 and 2.0 nm, dual height (AAAnalyst 800 only); motorized slit drive for automatic slit selection

Detector: Wide-range segmented solid-state detector, with a built-in low-noise CMOS charge amplifier array.

Automatic: 8-lamp holder with built-in power supplies for hollow cathode and electrodeless discharge

Lamp Selection: Computer-controlled lamp selection and alignment via WinLab32™ software. Operating parameters are automatically set when using PerkinElmer® Lumina™ hollow cathode lamps.

Flame system (AAAnalyst 800)

Gas Controls: Fully computer-controlled with oxidant and fuel monitoring. Keyboard-actuated remote ignition system with air-acetylene. Acetylene flow is automatically adjusted prior to the oxidant change when switching to or from nitrous oxide-acetylene operation. TotalFlow™ control of the oxidant and fuel gases for constant fuel:oxidant ratio.

Safety Functions: Interlocks prevent ignition if the proper burner head, the nebulizer/end cap, or the burner drain system are not correctly installed; the liquid level in the drain vessel is incorrect; or gas pressures are too low. Interlocks automatically shut down gases if a flame is not detected, or if any of the other interlock functions are activated. Safe shutdown in the event of a power failure.

Burner System: Premix design that can be moved automatically into the sample compartment via software control and a motorized carriage. Alignment of the flame in the light beam is fully automatic and optimized, using a motorized burner mount for vertical and horizontal burner adjustments. The burner is equipped with a high-strength inert mixing chamber, angled to ensure proper drainage. Includes adjustable highprecision nebulizer and an all-titanium, 10-cm, single-slot burner head for air-acetylene operation.

Background correction

AC Zeeman-effect background correction using a modulated 0.8 Tesla magnetic field oriented longitudinally to the optical path. The magnet is automatically switched on during the atomization step only.

AAAnalyst 800 Built-in continuum source double-beam background correction for flame operation.

Graphite furnace

Built-in computer-controlled Transversely Heated Graphite Atomizer (THGA™). The graphite tube is transversely heated, providing a uniform temperature profile over the entire tube. An external protective gas stream around the graphite tube prevents the entrance of outside air to maximize tube life. An internal purge gas goes through the graphite tube to remove the volatilized matrix vapors during drying and thermal pretreatment. The two gas streams are independently computer-controlled. Pneumatic opening and closing of the furnace for easy tube change. AAAnalyst 800 The graphite furnace can be moved automatically into the sample compartment and positioned via software control and a motorized carriage.

Furnace features

Program Flexibility: Analytical programs with up to 12 steps can be set up. Each step can be programmed with the following parameters:

- Temperature: Ambient up to 2600 °C in steps of 10 °C
- Ramp and Hold Time: 1 to 9 sec. in steps of 1 sec.
- Internal Gas Flow: 0, 50, or 250 mL/min; can be switched over to another type of gas
- Required Inert Gas: Argon. Inlet pressure 300 kPa (3 bar) minimum. Maximum gas consumption is 700 mL/min.
- Water Coolant: A circulatory cooling system is included with the AAAnalyst 800, optional for the AAAnalyst 600. When operating the AAAnalyst 600 without the circulatory cooling system, cooling water meeting the following specifications should be used: Sediment-free drinking water; 20–40 °C; flow rate not less than 2 L/min; pressure between 2.5 and 4.5 bar; pH between 6.5 and 7.5; hardness not greater than 14°dH or 100 ppm.

Furnace autosampler

Sampler Table: Removable sample tray with 88 and 146 sampling positions and 1 overflow container for pipet washing. Minimum sample requirement: ca. 0.1 mL.

Dispensable Volume: Sample and Reagent: 1–99 µL, selectable in increments of 1 µL

Electronics: The autosampler is powered from the spectrometer and is software-controlled.

Fume extraction system

AAAnalyst 600 Optional built-in device that removes all sample fumes generated during furnace drying and pyrolysis steps.

Data control system

Complete PC control using WinLab32 software. Provides complete control of the instrument and its major accessories plus data handling and storage.

Data Handling: Instrument readings linear in absorbance (–0.500 A to +2.000 A), concentration or emission intensity. Integration times are operator-selectable from 0.1 to 60 sec. in increments of 0.1 sec. Reading modes include time-averaged integration, non-averaged integration (peak area), and peak height measurement.

Includes built-in statistics. Up to thirty (30) standards and a choice of calibration equations. Reslope of the analytical curve using a single operator-selected calibration standard. Built-in IEEE-488 interface for computer connection and use of optional accessories.

Dimensions

110 cm wide x 65 cm high x 70 cm deep (104 cm deep with furnace autosampler)

Weight:

- AAnalyst 600: 175 kg (without controller and cooling system)
- AAnalyst 800: 187 kg (without controller and cooling system)

Power requirements

230 V ($\pm 10\%$), 50/60 Hz ($\pm 1\%$), 5000 VA (maximum)

Electrical Protection: As defined in EN 61010-1; Insulation Class I; Installation Category II; Pollution Degree 2.

Technical standards

Certification: Designed and tested to be in compliance with the legal requirements for laboratory instruments. The instrument was developed and produced in compliance with ISO 9001. The WinLab32 software provides required control parameters for GLP and instrument performance verification.

Safety Standards: EN 61010-1, EN 61010-2-061, CSA C22.2 No. 1010.1, CSA C22.2 No. 1010.2.061. The instruments bear the CE Mark and the CSA/NRTL Certification Mark.

EMC Standards EN 61326, EN 55011, EN 61000-3-2, EN 61000-3-3

Environmental requirements

Ambient Temperature: $+15\text{ }^{\circ}\text{C}$ to $+35\text{ }^{\circ}\text{C}$

Relative Humidity: 20% to 80%, non-condensing

Cooling system

Self-priming recirculatory system with fan-assisted heat exchanger (standard with the AAnalyst 800, optional with the AAnalyst 600) for constant cooling of the graphite furnace. Water temperature during operation approx. $36\text{ }^{\circ}\text{C}$; water flow 2.5 L/min.

Power Requirements: 230 V ($\pm 10\%$), 50/60 Hz ($\pm 1\%$); approx. 140 VA

Dimensions: 20 cm wide x 375 cm high x 50 cm deep

Weight: 18 kg with coolant

WWW.IETLTD.COM



IET | International Equipment Trading Ltd.

www.IetLtd.com | Proudly serving laboratories worldwide since 1979

CALL +847.913.0777 for Refurbished & Certified Lab Equipment