



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE
MÉXICO**

FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES

ZARAGOZA

**PRUEBAS DE DESEMPEÑO PARA LA CUANTIFICACIÓN
DE Cd, Co, Cr, Ni Y Pb POR ESPECTROFOTOMETRIA DE
ABSORCIÓN ATÓMICA.**

T E S I S

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:

QUÍMICO FARMACÉUTICO BIÓLOGO

P R E S E N T A N:

GALDINA BALTAZAR CRUZ

ELIZABETH TORRES LÓPEZ

DIRECTOR: M. EN C. A. LOURDES CASTILLO GRANADA

JULIO DEL 2002

**TESIS CON
FALLA DE ORIGEN**



Universidad Nacional
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

Biblioteca Central



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.



**EL MAYOR OBSEQUIO QUE PUEDE HACERNOS
EL DESTINO ES HACER QUE PELEEMOS ALGÚN
TIEMPO EN LAS FILAS DE NUESTROS ADVERSARIOS,
ASÍ ESTAREMOS PREDESTINADOS A CONSEGUIR
ALGUNA GRAN VICTORIA.**

NIETZSCHE



PROFESORA:

M EN C A. LOURDES CASTILLO G.

**Por su apoyo en la realización y asesoramiento de este trabajo
sobre todo por su comprensión y paciencia**

GALDINA BALTAZAR CRUZ

ELIZABETH TORRES LÓPEZ



AGRADECIMIENTOS

MIS PADRES:

- SUSANA CRUZ ORTIZ
- VALENTIN BALTAZAR

Por su apoyo incondicional, comprensión y cariño que me han brindado.

Por enseñarme que el mejor tesoro es la sabiduría.

MIS HERMANOS:

- Gabriela, Alvaro, Oscar, Diana y Daniel

Por su confianza y apoyo en todos los momentos difíciles.

- Q F B. JOSE DE JESÚS VELEZ OROZCO

Por su amistad, apoyo, comprensión y cariño.

GALDINA BALTAZAR CRUZ.



ESTE TRABAJO LO DEDICO:

Principalmente a las personas más especiales e importantes en mi vida, mis padres Ciria López y José Torres, que con su apoyo, comprensión, confianza, principios y valores he alcanzado uno de mis objetivos como persona y profesionista.

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

A mis hermanos:

Jaqueline, Juan Carlos y David por su comprensión, confianza y apoyo.

Cristóbal Torres López



RESUMEN

El presente trabajo se llevo a cabo en el laboratorio de Espectroscopía L - 328 y L - 315, donde se realizaron las pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Cr por espectrofotometría de absorción atómica de acuerdo al procedimiento 052 de la NOM – 010 – STPS – 1999, evaluando la linealidad, precisión, exactitud, estabilidad y reproducibilidad del método.

Los resultados obtenidos permiten asegurar que éstos parámetros cumplen satisfactoriamente con lo especificado por el procedimiento 052, por lo cual el método puede emplearse como procedimiento de rutina en el laboratorio. De manera paralela este trabajo formara parte del manual de procedimientos que se requiere para la acreditación del laboratorio, con la finalidad que pueda fungir como laboratorio autorizado por EMA para analizar muestras del medio ambiente laboral.



ABREVIATURAS

Cd	Cadmio
Co	Cobalto
Cr	Cromo
Ni	Níquel
Pb	Plomo
NOM	Norma Oficial Mexicana
STPS	Secretaría del Trabajo y Previsión Social
SS	Secretaría de Salud
SEDESOL	Secretaría de Desarrollo Social
SECOFI	Secretaría de Comercio y Fomento Industrial
SINALP	Sistema Nacional de Acreditamiento de Laboratorio de Prueba
EMA	Entidad Mexicana de Acreditamiento
PNO	Procedimiento Normalizado de Operación
FDA	Administración de Alimentos y Medicamentos
IQ	Calificación de la instalación
OQ	Calificación de la operación
PQ	Calificación de desempeño
ISO	Organización Internacional de Estandarización



EAA	Espectrofotometría de Absorción Atómica
λ	Longitud de onda
nm	Nanómetro
EDTA	Ácido etilendiamino tetra acético
g/cm^2	Gramo por centímetro cuadrado
mg/m^3	Miligramo por metro cúbico
mg/L	Miligramo por litro
μmL	Microgramo por mililitro
μL	Microlitro
mL	Mililitro
V/V	Volumen en volumen
mg/mL	Miligramo por mililitro
L/min	Litro por minuto
cm/seg	Centímetro por segundo
$^{\circ}\text{C}$	Grados centígrado
K	Grados Kelvin
C.V.	Coefficiente de variación
S	Estándar
m	Pendiente
b	Ordenada al origen
r	Coefficiente de correlación
r^2	Coefficiente de determinación
L.D.	Límite de detección



L.C.	Límite de cuantificación
H	Horas
\leq	Menor o igual
\geq	Mayor o igual



ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
I. ANTECEDENTES TEÓRICOS	3
1. <i>Ambiente laboral</i>	3
1.1 SEGURIDAD E HIGIENE EN EL TRABAJO	4
1.1.1 Laboratorios de prueba	4
1.1.2 Unidades de certificación	5
2. <i>Marco jurídico de la salud en el trabajo</i>	5
2.1. SECRETARÍA DEL TRABAJO Y PREVISIÓN SOCIAL	5
2.1.1. Normatividad	6
2.1.2. Eventos, diplomados y cursos	6
2.1.3. Autogestión en seguridad e higiene en el trabajo	6
2.2. LEY FEDERAL DEL TRABAJO	7
2.3. NORMA OFICIAL MEXICANA-010-STPS-1999	8
3. <i>Características de los metales</i>	9
3.1 CADMIO	10
3.1.1. Propiedades	11
3.1.2. Usos	11
3.1.3. Toxicidad	11
3.2. COBALTO	12
3.2.1. Propiedades	12
3.2.2. Usos	12
3.2.3. Toxicidad	13
3.3. CROMO	13
3.3.1. Propiedades	13
3.3.2. Usos	13
3.3.3. Toxicidad	14



3.4. NÍQUEL	14
3.4.1. Propiedades	15
3.4.2. Usos	15
3.4.3. Toxicidad	15
3.5. PLOMO	15
3.5.1. Propiedades	16
3.5.2. Usos	16
3.5.3. Toxicidad	16
4. <i>Pruebas de desempeño</i>	17
5. <i>Calificación</i>	17
5.1. CALIFICACIÓN DE INSTALACIÓN	17
5.2. CALIFICACIÓN DE OPERACIÓN	17
5.3. CALIFICACIÓN DE DESEMPEÑO	18
6. <i>Validación</i>	18
6.1. LINEALIDAD	19
6.2. EXACTITUD	19
6.3. PRECISIÓN	19
6.4. SENSIBILIDAD	20
6.5. LÍMITE DE DETECCIÓN	20
6.6. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN	20
6.7. ESPECIFICIDAD	20
6.8. REPETIBILIDAD	20
6.9. REPRODUCIBILIDAD	21
7. <i>Espectrofotometría de absorción atómica</i>	21
7.1. FUNDAMENTO	23
7.2. COMPONENTES DEL INSTRUMENTO	23
7.2.1. Fuente de radiación	24
7.2.1.1. Lámpara de cátodo hueco	24
7.2.1.2. Lámpara de descarga sin electrodos	25
7.2.2. Quemadores	25
7.2.2.1. Quemador de consumo total	25
7.2.2.2. Quemador con cámara de premezclado	26



7.2.3. Flamas	26
7.2.4. Monocromador	27
7.2.5. Detector	27
7.2.5.1. Detectores de fotones	28
7.2.5.2. Detectores de calor	29
7.2.5.3. Detectores de estado sólido	29
7.2.5.4. Detector de arreglo de diodos	29
7.3. TIPOS DE ESPECTROFOTÓMETROS	29
7.3.1. Modelo de un solo haz	29
7.3.2. Modelo de un haz doble	30
7.4. INTERFERENCIAS	31
7.4.1. Interferencias espectrales	31
7.4.2. Interferencias químicas	31
7.4.3. Interferencias por ionización	32
7.4.4. Interferencias de masa o matriz	32
7.5. ABSORCIÓN DE FONDO	32
7.5.1. Método de corrección de las dos líneas	33
7.5.2. Método de corrección con una fuente continua	33
7.5.3. Corrección de fondo basado en el efecto Zeeman	33
7.5.4. Corrección de fondo Smith-Hieftje	33
7.6. MÉTODO DE ADICIÓN DE UN ESTANDAR	34
II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	35
III. OBJETIVOS	36
IV. HIPÓTESIS	37
V. DISEÑO EXPERIMENTAL	38
1. <i>Condiciones experimentales</i>	38



2. Validación	38
2.1. VALIDACIÓN DEL SISTEMA	38
2.1.1. Linealidad del sistema	38
2.1.2. Precisión del sistema	39
2.1.3. Límite de detección y cuantificación	39
2.2. VALIDACIÓN DEL MÉTODO	39
2.2.1. Linealidad del método	39
2.2.2. Exactitud y repetibilidad	39
2.2.3. Precisión	40
2.2.4. Estabilidad de la muestra analítica	40
3. Procedimiento 052	41
VI. RESULTADOS	42
VII ANÁLISIS DE RESULTADOS	83
VIII. CONCLUSIONES	86
BIBLIOGRAFÍA	87
ANEXOS	91
A. Diseño estadístico	92
B. Procedimiento Normalizado de Operación para Determinar Metales	107

**ÍNDICE DE FIGURAS**

Proceso de absorción y emisión atómica	22
Lámpara de cátodo hueco	25
Sistema de un solo haz de corriente directa	29
Sistema de doble haz de corriente alterna	30

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Temperatura de combustión y velocidades de flamas comúnmente empleadas.	27
Tabla 2. Condiciones de operación del espectrofotómetro Varian SP 92	38
Tabla 3. Linealidad del sistema para Cd.	42
Tabla 4. Criterio de aceptación y valores experimentales.	43
Tabla 5. Precisión del sistema para Cd.	43
Tabla 6. Criterio de aceptación y valores experimentales.	43
Tabla 7. Linealidad del sistema para Co.	44
Tabla 8. Criterio de aceptación y valores experimentales.	45
Tabla 9. Precisión del sistema para Co.	45
Tabla 10. Criterio de aceptación y valores experimentales.	45
Tabla 11. Linealidad del sistema para Cr.	46
Tabla 12. Criterio de aceptación y valores experimentales.	47
Tabla 13. Precisión del sistema para Cr.	47
Tabla 14. Criterio de aceptación y valores experimentales.	47
Tabla 15. Linealidad del sistema para Ni.	48
Tabla 16. Criterio de aceptación y valores experimentales.	49
Tabla 17. Precisión del sistema para Ni.	49
Tabla 18. Criterio de aceptación y valores experimentales.	49
Tabla 19. Linealidad del sistema para Pb.	50
Tabla 20. Criterio de aceptación y valores experimentales.	51
Tabla 21. Precisión del sistema para Pb.	51
Tabla 22. Criterio de aceptación y valores experimentales.	51



Tabla 23. Límite de detección y cuantificación para Cd.	52
Tabla 24. Límite de detección y cuantificación de las dos soluciones.	52
Tabla 25. Límite de detección y cuantificación final.	52
Tabla 26. Límite de detección y cuantificación para Co.	53
Tabla 27. Límite de detección y cuantificación de las dos soluciones.	53
Tabla 28. Límite de detección y cuantificación final.	53
Tabla 29. Límite de detección y cuantificación para Cr.	54
Tabla 30. Límite de detección y cuantificación de las dos soluciones.	54
Tabla 31. Límite de detección y cuantificación final	54
Tabla 32. Límite de detección y cuantificación para Ni.	55
Tabla 33. Límite de detección y cuantificación de las dos soluciones.	55
Tabla 34. Límite de detección y cuantificación final.	55
Tabla 35. Límite de detección y cuantificación para Pb.	56
Tabla 36. Límite de detección y cuantificación de las dos soluciones.	56
Tabla 37. Límite de detección y cuantificación final.	56
Tabla 38. Linealidad del método para Cd.	57
Tabla 39. Criterio de aceptación y valores experimentales.	57
Tabla 40. Intervalo de confianza, ordenada al origen.	58
Tabla 41. Intervalo de confianza, pendiente.	58
Tabla 42. Exactitud y repetibilidad del método para Cd.	58
Tabla 43. Criterio de aceptación y valores experimentales.	58
Tabla 44. Intervalo de confianza, exactitud.	58
Tabla 45. Linealidad del método para Co.	59
Tabla 46. Criterio de aceptación y valores experimentales.	59
Tabla 47. Intervalo de confianza, ordenada al origen.	60
Tabla 48. Intervalo de confianza, pendiente.	60
Tabla 49. Exactitud y repetibilidad del método para Co.	60
Tabla 50. Criterio de aceptación y valores experimentales.	60
Tabla 51. Intervalo de confianza, exactitud.	60
Tabla 52. Linealidad del método para Cr.	61
Tabla 53. Criterio de aceptación y valores experimentales.	61



Tabla 54. Intervalo de confianza, ordenada al origen.	62
Tabla 55. Intervalo de confianza, pendiente.	62
Tabla 56. Exactitud y repetibilidad del método para Cr.	62
Tabla 57. Criterio de aceptación y valores experimentales.	62
Tabla 58. Intervalo de confianza, exactitud.	62
Tabla 59. Linealidad del método para Ni.	63
Tabla 60. Criterio de aceptación y valores experimentales.	63
Tabla 61. Intervalo de confianza, ordenada al origen.	64
Tabla 62. Intervalo de confianza, pendiente.	64
Tabla 63. Exactitud y repetibilidad del método para Ni.	64
Tabla 64. Criterio de aceptación y valores experimentales.	64
Tabla 65. Intervalo de confianza, exactitud.	64
Tabla 66. Linealidad del método para Pb.	65
Tabla 67. Criterio de aceptación y valores experimentales.	65
Tabla 68. Intervalo de confianza, ordenada al origen.	66
Tabla 69. Intervalo de confianza, pendiente.	66
Tabla 70. Exactitud y repetibilidad del método para Pb.	66
Tabla 71. Criterio de aceptación y valores experimentales.	66
Tabla 72. Intervalo de confianza, exactitud.	66
Tabla 73. Reproducibilidad para Cd (% de recobro).	67
Tabla 74. Criterio de aceptación y valores experimentales.	67
Tabla 75. Resultados del análisis de varianza.	68
Tabla 76. Criterio de aceptación y valores experimentales.	68
Tabla 77. Reproducibilidad para Co (% de recobro).	69
Tabla 78. Criterio de aceptación y valores experimentales.	69
Tabla 79. Resultados del análisis de varianza.	70
Tabla 80. Criterio de aceptación y valores experimentales.	70
Tabla 81. Reproducibilidad para Cr (% de recobro).	71
Tabla 82. Criterio de aceptación y valores experimentales.	71
Tabla 83. Resultados del análisis de varianza.	72
Tabla 84. Criterio de aceptación y valores experimentales.	72



Tabla 85. Reproducibilidad para Ni (% de recobro).	73
Tabla 86. Criterio de aceptación y valores experimentales.	73
Tabla 87. Resultados del análisis de varianza.	74
Tabla 88. Criterio de aceptación y valores experimentales.	74
Tabla 89. Reproducibilidad para Pb (% de recobro).	75
Tabla 90. Criterio de aceptación y valores experimentales.	75
Tabla 91. Resultados del análisis de varianza.	76
Tabla 92. Criterio de aceptación y valores experimentales.	76
Tabla 93. % Recobro de Cadmio a temperatura ambiente y refrigeración.	77
Tabla 94. Valores obtenidos de la media del factor I, a diferentes condiciones ambientales.	77
Tabla 95. Intervalo de confianza para Cadmio, a diferentes condiciones ambientales.	77
Tabla 96. % Recobro de Cobalto a temperatura ambiente y refrigeración.	78
Tabla 97. Valores obtenidos de la media del factor I, a diferentes condiciones ambientales.	78
Tabla 98. Intervalo de confianza para Cobalto, a diferentes condiciones ambientales.	78
Tabla 99. % Recobro de Cromo a temperatura ambiente y refrigeración.	79
Tabla 100. Valores obtenidos de la media del factor I, a diferentes condiciones ambientales.	79
Tabla 101. Intervalo de confianza para Cromo, a diferentes condiciones ambientales.	79
Tabla 102. % Recobro de Níquel a temperatura ambiente y refrigeración.	80
Tabla 103. Valores obtenidos del factor I, a diferentes condiciones ambientales.	80
Tabla 104. Intervalo de confianza para Níquel, a diferentes condiciones ambientales.	80
Tabla 105. % Recobro de Plomo a temperatura ambiente y refrigeración.	81
Tabla 106. Valores obtenidos de la media del factor I, a diferentes condiciones ambientales.	81
Tabla 107. Intervalo de confianza para Plomo, a diferentes condiciones ambientales.	81
Tabla 108. Resumen de resultados obtenidos mediante las pruebas de desempeño.	82
Tabla 109. Comparación del por ciento de recobro promedio reportado en el Procedimiento 052 y datos experimentales.	82



INTRODUCCIÓN

En años recientes las investigaciones sobre los metales pesados han sido motivo de gran interés debido a la presencia de éstos en los alimentos, agua y aire principalmente.

Los metales son de uso extenso en la industria, entre los más importantes están: cadmio, plomo, cromo, cobalto, níquel, cobre, mercurio, estaño, vanadio, molibdeno y manganeso; los cuales por ser estables se encuentran en sitios de trabajo y en el ambiente en general, dado que la reactividad biológica de los metales por acumulación en órganos y tejidos selectivos originan toxicidad crónica; es necesario una atención meticulosa del personal en el sitio de trabajo para reducir la exposición prolongada y prevenir los efectos nocivos para la salud.

Los metales son sustancias importantes desde el punto de vista de la higiene en el ambiente laboral. El problema esencial que plantean los metales pesados es que se han utilizado durante siglos y son fundamentales para la industria, sin embargo pueden perjudicar la salud humana y trastornar el equilibrio de los sistemas ambientales si se permite que alcancen una concentración excesiva en el aire, agua, suelo o alimentos (Vega, 1990; Joseph, 1993).

En la actualidad el uso intenso de sustancias químicas en la industria farmacéutica, química, metalúrgica y agrícola, entre otras han aumentado los niveles de contaminación, debido a esto es necesario garantizar la salud del trabajador, su rendimiento laboral y por ende la productividad. La verificación y diagnóstico de salud laboral en la industria esta enfocada a conocer e incrementar el nivel de eficacia y en consecuencia, promover la mejora continua de las empresas en materia laboral, es decir, seguridad, higiene, ecología, protección civil y salud de los trabajadores. El objetivo principal de los programas de higiene en el trabajo es la prevención de los efectos nocivos a la salud de los trabajadores expuestos a agentes químicos en el ambiente laboral (Waldemer, 1992).



Uno de los medios más importantes es el establecimiento de límites permisibles del agente químico en aire del ambiente de trabajo, es decir, determinar el nivel en el cual un agente químico no causa efectos adversos sobre la salud durante la vida del trabajador.

En México la Dirección General de Seguridad e Higiene en el Trabajo junto con la Secretaría de Salud y Previsión Social se encargan de verificar el cumplimiento de las Normas Oficiales Mexicanas específicas para ambiente laboral, tal es el caso de la NOM-010-STPS-1999 (Waldemer, 1992).

La NOM-010-STPS-1999 relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se producen, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral, señala las obligaciones del patrón y trabajador además de indicar los límites máximos permisibles de exposición para sustancias químicas en los centros de trabajo (NOM-010-STPS-1999).

Algunos trabajadores nunca les preocupa el aire que respiran, sin embargo, es uno de los factores más importantes del medio ambiente de trabajo el cual puede ser de muy mala calidad y como consecuencia un vehículo para la difusión (humo o vapores) de ciertas sustancias químicas nocivas o peligrosas. Por consecuencia, la pureza del aire es un requisito primordial y es indispensable que las técnicas de análisis que se realizan al aire sean adecuadas, además de que los resultados obtenidos sean precisos, exactos y con alto grado de confiabilidad. Por lo que es de gran importancia realizar las pruebas de desempeño para la cuantificación de sustancias químicas y asegurar que se realicen con eficiencia durante el funcionamiento del laboratorio (Waldemer, 1992).

En el presente trabajo se realizaron las pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb en ambiente laboral por Espectrofotometría de Absorción Atómica de acuerdo al procedimiento 052 de la NOM-010-STPS-1999, con el fin de asegurar que el método de análisis empleado en esta Norma es realizado en el Laboratorio de Prueba de manera confiable.



I. ANTECEDENTES.

1. *Ambiente Laboral.*

La contaminación ambiental es un fenómeno que ha estado presente desde el origen de la vida humana provocando cambios y daños a los valores naturales, sociales y culturales, alterando de manera alarmante aire, agua y tierra. Anteriormente la naturaleza tenía un poder regenerativo, el cual se ha ido perdiendo como resultado del acelerado desequilibrio ecológico producido por el desarrollo tecnológico-industrial, sin tomar en cuenta que al generar riquezas económicas, también produce daños en el medio ambiente y en los individuos que en el se encuentran.

En el ambiente laboral el trabajador efectúa actividades que lo colocan con diferentes elementos (materias primas, productos, procesos productivos, aire y agua de uso industrial, entre otros) para la realización del trabajo. Sin embargo, cuando se presenta el fenómeno de contaminación, éste puede llegar a afectar la salud de los trabajadores. Dado que la contaminación ambiental es un problema de salud pública, así como la salud en el trabajo, se han decretado diferentes Leyes y Normas, tendientes a controlar y prevenir tal efecto con la participación de distintas organizaciones como son: La Secretaría del Trabajo y Previsión Social (STPS), Secretaría de Salud (SS), Secretaría de Desarrollo Social (SEDESOL) y la Secretaría de Comercio y Fomento Industrial (SECOFI), las cuales han desarrollado en forma conjunta programas de prevención y control de la contaminación en el Ambiente Laboral (Aguilar, 1992; Córdoba, 1996).

Toda persona tiene derecho al trabajo digno y útil, al efecto se promueve la creación de empleos y la organización social para el trabajo conforme a la Ley. El patrón está obligado a observar la naturaleza de negociación, los preceptos legales sobre higiene y seguridad en las instalaciones de su establecimiento, adoptar las medidas adecuadas para prevenir accidentes y enfermedades en el trabajo (Palacios, 1999).

Se entiende como higiene la parte de la medicina que tiene por objeto la conservación de la salud previniendo las enfermedades. En tanto que el término de seguridad social nació en la era de la



Revolución Industrial por que al usarse en la industria y empresa resultó creadora de un riesgo inminente para la vida y la salud de los trabajadores (Córdova, 1996; Aguilar, 1992).

1.1. SEGURIDAD E HIGIENE EN EL TRABAJO.

En el reglamento general de Seguridad e Higiene del Trabajo, Título VIII, Artículo 135 relativo a las condiciones del medio ambiente de trabajo, señala a los agentes de riesgo que pueden ser considerados como contaminantes del medio ambiente de trabajo, clasificándolos por sus características particulares en: agentes físicos, biológicos y químicos, capaces de alterar las condiciones del medio ambiente de trabajo, alterando a la vez la salud de los trabajadores que estén o hayan estado expuestos a los agentes, ya sea por su concentración en el ambiente o por el tiempo en que permanecen expuestos a ellos. Por lo que la Dirección General de Seguridad e Higiene en el Trabajo tiene el compromiso de propiciar una normatividad eficiente a fin de tener un medio ambiente laboral seguro y productivo, abatir los índices de riesgo de enfermedades, accidentes y facilitar al empresario o al trabajador el cumplimiento de las disposiciones legales en materia de seguridad e higiene, para contribuir al incremento de la productividad y el bienestar de la salud de los trabajadores a su vez aprueba laboratorios de prueba, en conjunto con la Dirección General de Inspección en el Trabajo, con el fin de apoyar al cumplimiento de los requisitos enmarcados en las Normas Oficiales Mexicanas que esta dependencia emite (<http://www.stps.gob.mx>).

1.1.1. Laboratorios de Prueba.

Es aquella instalación que opera en una localidad específicamente determinada y dispone del equipo necesario y personal calificado para efectuar las mediciones, análisis, pruebas de calibración, funcionamiento de los materiales, productos o equipos. Su objetivo es llevar acabo actividades de muestreo y análisis de contaminantes físicos y químicos aplicando procedimientos establecidos en las Normas Oficiales Mexicanas, Normas Mexicanas y Normas Internacionales (Lozada, 1992; <http://www.stps.gob.mx>).



1.1.2. Unidades de Certificación.

Personas morales que tienen por objeto realizar funciones de certificación de tercera parte, bajo procedimientos, políticas, definiciones y decisiones dando testimonio de que un producto, servicio o proceso debidamente identificado, ha obtenido la adecuada confianza de conformidad con relación a una Norma u otro documento normativo específico (Lozada, 1992; <http://www.stps.gob.mx>).

2. Marco jurídico de la salud en el trabajo.

2.1. SECRETARÍA DEL TRABAJO Y PREVISIÓN SOCIAL.

La atribución que tiene esta Secretaría para elaborar y expedir Normas Oficiales Mexicanas son mediante la Ley Federal de Metrología y Normalización, también realiza estudios relativos al medio ambiente laboral, para proponer la adecuación o expedición de Normas Oficiales Mexicanas relativas a los agentes físicos y químicos, para evitar efectos perjudiciales a la salud o efectuarlos a solicitud de la Dirección General de Inspección Federal del Trabajo y difundir los avances científicos y tecnológicos en materia, la NOM-010-STPS establece las medidas para prevenir los daños a la salud de los trabajadores expuestos a las sustancias químicas contaminantes del medio ambiente laboral (Lozada, 1992; Secretaría del Trabajo y Prevención Social, 1992).

Dentro de los objetivos primordiales de esta Secretaría incluye la protección de la salud de los trabajadores, promoviendo la mejoría de las condiciones físicas y ambientales en que se desempeña el trabajo, y de este modo contribuye al beneficio mutuo de los trabajadores y de las empresas.

Para tal fin, se programan una serie de actividades encaminadas al logro de ese objetivo, las cuales son:



2.1.1. Normatividad.

En la actualidad se encuentran vigentes 29 normas, nueve para aspectos de seguridad, ocho de higiene, siete de organización del trabajo y cinco sobre actividades específicas.

Con la modernización y actualización del marco jurídico de la seguridad e higiene, las empresas, han estado recurriendo a procedimientos alternativos para el cumplimiento de las normas, las que se han visto beneficiadas en su productividad al no tener que interrumpir sus procedimientos o implementar dobles procedimientos normativos (<http://www.stps.gob.mx>).

2.1.2. Eventos, diplomados y cursos.

Para el logro efectivo de la prevención de riesgos de trabajo, consideran como prioritaria la capacitación en materia de seguridad e higiene promoviendo convenios con Instituciones Educativas los diplomados en higiene en el trabajo, para la formación de médicos de los servicios preventivos de medicina del trabajo, en las empresas y cursos básicos en seguridad e higiene en el trabajo. Así como talleres para comisiones de seguridad e higiene (<http://www.stps.gob.mx>).

2.1.3. Autogestión en seguridad e higiene en el trabajo.

De acuerdo con el reglamento interior de la STPS la Dirección General de Seguridad e Higiene en el Trabajo tiene como una función básica, la de difundir la normatividad en seguridad e higiene en el trabajo y promover su cumplimiento.

Por ello en 1995 se diseñó el programa de Autogestión en Seguridad e Higiene en el Trabajo, cuyo objetivo principal es el de promover que la seguridad e higiene se incorpore en la administración integral de las empresas. Para 1999, se reestructuró el esquema operativo de este programa bajo la campaña patrones y trabajadores responsables en seguridad e higiene (<http://www.stps.gob.mx>).

ESQUEMA OPERATIVO

El esquema operativo de estos programas se sustenta en el marco de la campaña patrones y trabajadores responsables en seguridad e higiene del trabajo, bajo cuatro estrategias sustantivas:



- Asistencia técnica para el trabajo de programas de seguridad e higiene en trabajo.
- Asistencia técnica para el funcionamiento de las comisiones de seguridad e higiene en el trabajo.
- Formación de recursos humanos.
- Difusión.

La seguridad e higiene en el trabajo, se ha convertido en un elemento básico de las relaciones comerciales, por considerarse la garantía para asegurar la salud e integridad física de los trabajadores y promover niveles de calidad de vida, que permitan que el desarrollo económico repercuta en el bienestar para la población. Además constituye un factor indispensable para mejorar la productividad, que es necesaria para la competitividad de las empresas, al obtenerse las condiciones físicas y ambientales necesarias para desarrollar un trabajo de calidad (<http://www.stps.gob.mx>).

2.2. LEY FEDERAL DEL TRABAJO.

Esta Ley destaca los siguientes artículos:

En el artículo 123 menciona las obligaciones del patrón como son:

- Cumplir las disposiciones de las Normas del Trabajo aplicables a sus empresas y establecimientos.
- Dar a los trabajadores los instrumentos y materiales necesarios para la ejecución del trabajo, proporcionándolos de buena calidad, en buen estado y reponerlos tan pronto como dejen de ser eficientes, siempre y cuando ellos no se hayan comprometido a usar herramientas propias. El patrón no debe exigir alguna indemnización por el desgaste natural que sufran los instrumentos y materiales de trabajo.
- Instalar de acuerdo con los principios de seguridad e higiene, riesgos de trabajo y perjuicios al trabajador, así como adoptar las medidas necesarias para evitar que los contaminantes excedan el nivel máximo permitido en los reglamentos e instructivos que expidan las autoridades competentes.



- Cumplir las disposiciones de seguridad e higiene que fijen las Leyes y los reglamentos para prevenir los accidentes y enfermedades en los centros de trabajo y en general en los lugares en que deban efectuarse labores; y disponer de todo tiempo de los medicamentos y materiales de curación indispensables que señalen los instructivos que se expidan, para que se presenten oportuna y eficazmente los primeros auxilios, debiendo dar, desde luego, aviso a la autoridad competente de cada accidente que ocurra.
- Fijar visiblemente y difundir en los lugares donde se preste el trabajo, las disposiciones de los reglamentos e instructivos de seguridad e higiene.
En el artículo 134 menciona las obligaciones de los trabajadores:
- Cumplir con las disposiciones de las normas de trabajo que le sean aplicadas.
- Observar las medidas preventivas e higiénicas que acuerden las autoridades competentes y las que indiquen los patrones para la seguridad y protección personal de los trabajadores.
- Someterse a los reconocimientos médicos previstos a someterse al reglamento interior y normas vigentes en la empresa o establecimiento para comprobar que no padecen alguna incapacidad o enfermedad del trabajo contagiosa o incurable (<http://www.stps.gob.mx>; Córdova, 1996).

Se puede concluir que por medio de la elaboración y aplicaciones de las Normas Oficiales Mexicanas, la Secretaría del Trabajo efectivamente estudia y ordena a través de las mismas, las medidas que sobre seguridad e higiene deben observar las empresas con la finalidad de garantizar la protección de sus trabajadores (Aguilar, 1992).

2.3. NORMA OFICIAL MEXICANA-NOM-010-STPS-1999.

La verificación y diagnóstico de la salud laboral en la industria esta enfocada a conocer e incrementar el nivel de eficacia y en consecuencia, promover la mejora continua de las empresas en materia laboral.

El medio ambiente laboral es el sitio donde el trabajador realiza sus actividades en contacto con diferentes elementos como materias primas, instalaciones, productos, el propio proceso productivo, aire, aguas industriales, etc., para la realización de su trabajo.



Cuando existe contaminación en un ambiente de trabajo este puede llegar a afectar la salud del trabajador.

La NOM-010-STPS-1999, relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se manejen, transporten, procesen o almacenen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral, propone 73 procedimientos para la determinación de sustancias químicas que considera capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral, así como establece los límites máximos permisibles de cada sustancia (NOM-010-STPS-1999).

3. Características de los Metales.

Los metales pesados son aquellos que tienen una densidad por lo menos cinco veces mayor que la del agua, se encuentran en forma natural en la corteza terrestre en diferentes cantidades, tienen propiedades físicas en común, su reactividad química es muy diversa y lo son más sus efectos tóxicos sobre los sistemas biológicos.

Un metal puede considerarse tóxico si resulta perjudicial para el metabolismo de las células al exceder cierta concentración. Casi todos los metales son tóxicos a determinadas concentraciones y algunos de ellos constituyen venenos graves incluso a concentraciones bajas.

La toxicidad de un metal depende de la vía de administración y del compuesto químico al que esta ligado. La combinación con un compuesto orgánico puede modificar los efectos tóxicos sobre las células (Vega, 1990; Octavio, 1993).



La toxicidad de los metales pesados tienen características comunes entre si y efectos específicos cada uno. Según Passow la unión de los metales a los materiales biológicos es de gran intensidad, pero no es específica ni para el metal ni para las estructuras biológicas; en general los metales tienen la capacidad de combinarse con una gran variedad de moléculas orgánicas, especialmente con los grupos sulfhídricos de las proteínas. Sin embargo, la reactividad de cada metal es diferente y por lo tanto su fuerza de unión con las proteínas también lo es. Los metales al unirse a los grupos sulfhídricos producen la inhibición de la actividad de numerosas enzimas en el organismo.

El transporte de los metales a través de las membranas celulares difiere según las características del compuesto metálico y del tejido. La concentración efectiva de un metal tóxico en la célula blanco depende del tiempo de exposición así como de los patrones toxicocinéticos del metal.

Los metales pesados son la principal fuente de toxicidad cuando se encuentran en el ambiente a alta concentración, produciendo alteraciones sobre la salud humana (Waldemer, 1992; Riveros, 1994).

La NOM-010-STPS-1999 establece los niveles máximos permisibles de concentraciones que pueden estar expuestos los trabajadores a sustancias químicas contaminantes del medio ambiente laboral.

En este capítulo se mencionaran brevemente las propiedades, usos y toxicidad la salud que pueden ocasionar el cadmio, cobalto, cromo, níquel y plomo.

3.1. CADMIO.

El cadmio se descubrió en 1817 y rara vez se utilizó, hasta hace unos 50 años se encontraron aplicaciones metalúrgicas, en el medio natural se encuentra junto con el zinc y el plomo, de este modo la extracción y procesamiento de estos dos metales ocasionan contaminación ambiental por cadmio. Es un metal altamente tóxico para los seres vivos y el medio que los rodea.



3.1.1. Propiedades.

Elemento metálico, blando, maleable, de color blanco azulado o polvo blanco grisáceo. Pierde el brillo en aire húmedo; resistente a la corrosión en atmósfera industrial. Maleable a 80°C, punto de fusión 320.9°C, punto de ebullición 767°C, densidad 8.65 g/cm³ (293K), índice de refracción 1.13 en ácido nítrico y en soluciones de nitrato amónico. Estado de oxidación +2. Casi todas sus sales son venenosas (Budavari, 1996).

3.1.2. Usos.

El principal uso de los compuestos de cadmio es en galvanoplastia; proporciona resistencia a la corrosión al acero, hierro y diversos materiales para partes automotrices, aviones, equipo marino y maquinaria industrial. Las aleaciones de cadmio se utilizan en soporte de alta velocidad, soldadura y joyería. Recubrimientos electro depositados en metales, equipos eléctricos, bases de pigmentos utilizados en esmalte de maquinaria, levadura, productos de caucho y plástico, control de fisión atómica en reactores nucleares, fungicida, fotografía y litografía principalmente (Souza, 1996; Bonnet, 1986; Louis, 1996).

3.1.3. Toxicidad.

Es muy tóxico especialmente por inhalación del polvo o los vapores. Puede ser fatal. El límite en aire en un cuarto de trabajo por 8 horas diarias es de 0.05 mg/m³ como polvo y compuestos solubles es de 0.2 mg/m³ de aire y de vapor de óxido 0.1 mg/m³ de aire.

El metal casi no se absorbe por vías gastrointestinales; estudios en seres humanos indican una cifra cercana a 5 %, quienes fuman cigarrillo pueden absorber 10 a 40 % del cadmio inhalado. Una vez absorbido, se transporta por la sangre ligado principalmente a células hemáticas y albúmina, para ser redistribuido a los riñones, en forma de un complejo de cadmio. La vida media de este metal en el organismo es de 10 a 30 años (Louis, 1996).



La intoxicación aguda suele ser consecuencia de la inhalación de polvos y vapores de cadmio (óxido de cadmio y de la ingestión de las sales de este metal). Los primeros efectos tóxicos se deben a irritación local. Después de su ingestión se produce náusea y vómito que suelen ser sanguinolentas. La toxicidad puede evolucionar hasta incluir edema pulmonar mortal o enfisema residual, con fibrosis bronquial y vascular. Los valores normales en sangre y orina son de 0.004 mg/L y 0.0002 mg/L respectivamente después de la inhalación aguda puede aumentar a 3 mg/L y 0.36 mg/L.

En estudios epidemiológicos realizados a trabajadores expuestos a cadmio se ha demostrado que es carcinógeno para el ser humano, manifestándose en forma de tumores en pulmones, próstata y en menor magnitud en riñones y estómago (Souza, 1996; Bonniot, 1986).

3.2. COBALTO.

3.2.1. *Propiedades.*

Elemento metálico, gris acerado, brillante fuerte, dúctil, algo maleable, tiene propiedades magnéticas excepcionales en aleaciones, punto de fusión 1943°C, densidad 8.90g/cm³ (293K), punto de ebullición 3100°C. Es atacado por Cl₂, HCl y H₂SO₄ diluidos, soluble en ácido nítrico. Se corroe fácilmente en el aire. Estados de oxidación +2, +3.

3.2.2. *Usos.*

Productos químicos en sales de cobalto, agente oxidante, electro galvanizado, cerámica, filamentos para lámparas, catalizador (eliminación de azufre del petróleo, procesos oxo, síntesis orgánica), oligoelemento en fertilizantes, vidrio, secante de tintas para imprentas, pinturas y barnices. Su uso principal en las aleaciones es especialmente en aceros al cobalto para súper-imanos e imanes permanentes para herramientas de acero al cobalto y cromo de alta velocidad, carburos cementados y motores de reacción.



3.2.3. Toxicidad.

No combustible, excepto como polvo. Ligeramente tóxico, tolerancia 0.1 mg/m^3 de aire. El cobalto se puede absorber por inhalación provocando bronquitis, por contacto provoca dermatitis (sarna de cobalto), el diagnóstico puede ser por rayos X el cual demuestra marcas bronquiales. Su tratamiento es un lavado gástrico si se ha ingerido seguido de un purgante salino (Budavari, 1996).

3.3. CROMO.

El metal está en la naturaleza como cromita o piedra de cromo férrico. La cromita se obtiene de minas bajo la tierra y depósitos abiertos. El cromo metálico se obtiene principalmente por reducción del óxido crómico con polvo de aluminio.

3.3.1. Propiedades.

Elemento metálico, duro, quebradizo, semi-gris, punto de fusión 1900°C , punto de ebullición 2200°C , densidad 7.19 g/cm^3 (293K). Los compuestos tienen colores fuertes y variados. El ion Cromo forma varios compuestos de coordinación. Existen las formas pasiva y activa. La forma pasiva da lugar a su resistencia a la corrosión, debida a una fina capa superficial de óxido que hace pasivo al metal cuando es tratado con agentes oxidantes. La forma activa reacciona fácilmente con ácidos diluidos para formar sales cromosas. Soluble en H_2SO_4 .

Estados de oxidación +6, +3 y +2. El estado de oxidación +3 es el más crítico para la toxicidad de los compuestos de cromo (Joseph, 1993).

3.3.2. Usos.

El principal uso del cromo es el platinado, sus aplicaciones incluyen partes automotrices, aparatos domésticos, herramientas y maquinaria; elemento de aleación y galvanizado en metales y sustratos plásticos para resistencia a la corrosión, acero al cromo y acero inoxidable, recubrimientos protectores para automóviles y accesorios, investigación nuclear y de alta temperatura, pigmentación, empleados para catálisis.



3.3.3. Toxicidad.

La mayor exposición ocupacional ocurre durante los procesos de fundición y refinación de minerales de hierro, zinc, plomo y cobre que contienen cromo y durante las operaciones de soldar, cortar, fundir, hacer aleaciones y recuperar metales que requieren de la quema de materiales con cadmio. Tóxico por inhalación de polvo o vapor. Tolerancia 1 mg/m^3 de aire. Los límites en aire en un cuarto de trabajo por 8 horas diarias es 0.5 mg/m^3 (Joseph, 1993).

El cromo puede absorberse a través del tubo digestivo, los pulmones o la piel. Las formas hexavalentes y solubles se absorben con mayor facilidad que las trivalentes insolubles. El cromo hexavalente dentro de las células es convertido a la forma trivalente, se une con avidéz a proteínas y ácidos nucleicos. El cromo es un oligoelemento esencial en el hombre y animales por lo que su deficiencia origina deterioro de la tolerancia a glucosa, se ha encontrado correlación entre la concentración en orina y la exposición reciente a componentes solubles de cromo, se elimina principalmente por el riñón. La ingestión de compuestos de cromo ha causado náuseas, vómitos, dolor abdominal y postración. La muerte se debe a uremia. El mayor peligro profesional ha sido el procesamiento del metal de cromita para producir cromatos, en un estudio que se realizó se encontró que los trabajadores tienen una frecuencia elevada de cáncer pulmonar (Budavari, 1996).

3.4. NÍQUEL.

El níquel se presenta en la naturaleza en diversos vegetales y granos, constituye aproximadamente el 0.008% de la corteza y predomina en piedras ígneas.

El níquel es considerado esencial para las especies animales, pero no para los humanos; en animales de laboratorio la inhalación de los diferentes compuestos con baja solubilidad causa reacciones inflamatorias en la mucosa nasal.



3.4.1. Propiedades.

Metal plateado maleable, fácilmente trabajado en caliente y en frío, existe resistencia a la corrosión, punto de fusión 1455°C, punto de ebullición 2900°C, densidad 8.90 g/cm³ (293K), resistividad eléctrica (20°C), ligeramente atacado por ácido clorhídrico y sulfúrico, gran resistencia por los álcalis fuertes. Estados de oxidación +2 y +3 (Joseph, 1993).

3.4.2. Usos.

El principal uso de níquel es la producción de acero inoxidable, puede encontrarse a concentración de 5 a 10 % en aleaciones (acero de baja aleación, acero inoxidable, cobre y latón, imanes permanentes, aleaciones de resistencia eléctrica), se emplea también como catalizador en cerámica, algunos pigmentos, en baterías de cadmio y níquel, revestimientos protectores de galvanoplastia, revestimientos electro-depositados, catalizadores, acumuladores de almacenaje alcalino, electrodos de pila combustible cerámicas e hidrogenación de aceites vegetales (Budavari, 1996).

3.4.3. Toxicidad.

Inflamable, tóxico como polvo. Tolerancia 1 mg/m³ en aire (metal y compuestos solubles), el límite en aire en un cuarto de trabajo por 8 horas diarias es de 0.1 mg/m³. El níquel absorbido en el cuerpo se elimina por la orina con una vida media de aproximadamente una semana, se elimina en menor grado por el sudor y la bilis. Los compuestos insolubles pueden acumularse en el aparato respiratorio y es un factor que contribuye al cáncer (Budavari, 1996).

3.5. PLOMO.

El plomo está ampliamente distribuido en el entorno, en forma natural y como consecuencia de su empleo industrial. Los trabajadores de la industria de la fundición de plomo son los más expuestos a los efectos perjudiciales de este metal por que suelen generarse humos y polvos que contienen óxido de plomo.



3.5.1. Propiedades.

Sólido gris blando, pesado, dúctil, punto de fusión 327.4°C, punto de ebullición 1755°C, densidad 12.02 g/cm³ (293K), soluble en ácido nítrico diluido, insoluble en agua pero se disuelve lentamente en agua que contenga un ácido débil, resistente a la corrosión, relativamente impenetrable a la radiación, conductividad eléctrica pobre, buen absorbente de sonido y vibración. No combustible. Estados de oxidación +2 y +4.

3.5.2. Usos.

En acumuladores, protector de radiación, cubierta de cables, municiones, laminas y fusibles, cinta metálica, base de pintura, numerosas aleaciones, tipos metálicos para imprenta, es utilizado como pigmentos orgánicos entre otros (Joseph, 1993; Budavari, 1996; Bonnet, 1986).

3.5.3. Toxicidad.

Muy tóxico por inhalación de polvo o humo que son generados en la combustión de los automóviles y varias industrias (petroquímica). Tolerancia de 0.2 mg/m³ de aire, el límite de aire en un cuarto de trabajo por 8 horas diarias es de 0.15mg/m³; veneno acumulativo, las regulaciones de FDA exigen ausencia de plomo en los alimentos (Joseph, 1993).

Las principales vías de absorción son la gastrointestinal y la respiratoria. Por inhalación varía según la forma en que el plomo esté presente (vapores o partículas) y también su concentración, se absorben alrededor de 90 % de las partículas de plomo inhaladas del aire ambiental (Budavari, 1996).

Una vez absorbido cerca del 99% del que fluye por la corriente sanguínea se liga a la hemoglobina de los eritrocitos. Sólo el 1 a 3 % del que circula en el suero es activo o queda disponible para ligarse a los tejidos. El plomo inorgánico se distribuye inicialmente en los tejidos blandos en particular en el epitelio tubular de los riñones y en el hígado. Se elimina por heces y orina, la vida de eliminación de la sangre es de 1 a 2 meses y cerca de 6 meses se logra un equilibrio dinámico (Bonnet, 1986).



4. Pruebas de Desempeño.

Las pruebas de desempeño son un medio de control de calidad para demostrar que los métodos analíticos empleados en la determinación de un compuesto o elemento en particular son exactos, precisos y que pueden ser empleados como procedimiento de rutina, lo cual aplica como reglamento inicial para la determinación de metales basado en el procedimiento 052 de la norma NOM-010-STPS-1999, este procedimiento establece la metodología analítica para la cuantificación de metales en ambiente laboral.

Las pruebas de desempeño son una serie de análisis, control, ciegas, duplicados o blancos preparados por el mismo analista para evaluar el desarrollo de la metodología empleada durante un periodo de tiempo, sirviendo como herramienta indispensable para la evaluación del trabajo realizado por el analista, por lo que es importante conocer la utilidad del material y calidad de los reactivos utilizados en la prueba y así mismo el funcionamiento de los equipos e instrumentos empleados durante todo el proceso del análisis.

5. Calificación.

5.1. CALIFICACIÓN DE LA INSTALACIÓN (IQ).

Etapa del proceso de validación que establece mediante estudios y documentación adecuados que el elemento de validación (equipo, sistemas y áreas) están instalados en base a especificaciones de diseño.

5.2. CALIFICACIÓN DE LA OPERACIÓN (OQ).

Etapa del proceso de validación que demuestra que el elemento de validación (equipo, sistema o área) opera conforme a las especificaciones de operación establecidas.



5.3. CALIFICACIÓN DE DESEMPEÑO (PQ).

Etapa del proceso de validación que consiste en efectuar pruebas rigurosas para demostrar la efectividad y reproducibilidad del procedimiento analítico (Carleton, 1999).

6. *Validación.*

La validación es una practica común en el campo industrial donde cualquier procedimiento nuevo debe ir acompañado de una validación completa. Es un paso crítico cuyo propósito es asegurar su calidad o validez y conocer mejor las características de lo que se valida.

La validación tiene diferentes definiciones entre las que destacan:

NOM O59. Validación. Es la evidencia documentada que demuestra que a través de un proceso específico obtiene un producto que cumple consistentemente con las especificaciones y los atributos de calidad establecidos (NOM-059-SSA, 1993).

FDA. Validación de procesos es el establecimiento de evidencia documentada que provee un alto grado de aseguramiento de que en un proceso específico producirá consistentemente un producto que cumpla sus especificaciones predeterminadas y atributos de calidad (FDA, 1987)

La validación de métodos analíticos, es el proceso por el cuál queda establecido por estudios de laboratorio, que la capacidad del método satisface los requisitos para las aplicaciones analíticas deseadas, es decir es un paso crítico cuyo propósito es asegurar la calidad o validez y conocer mejor sus características (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

La validación puede ser:

VALIDACIÓN PROSPECTIVA. Establece la evidencia documentada previa a procesos implementados, en donde hace que un sistema se base sobre un protocolo preplaneado.

VALIDACIÓN CONCURRENTE. Establece evidencia documentada donde un proceso se basa sobre la información generada durante la implementación actual del proceso.



VALIDACIÓN RETROSPECTIVA. Establece evidencia documentada, donde un sistema se basa en revisión y análisis de información histórica (Carleton, 1999).

Razones para validar:

- Asegurar la calidad
- Reducción de costos
- Requisitos regulatorios

Los puntos que conforman la validación son: linealidad, exactitud, precisión, sensibilidad, límite de detección, límite de cuantificación, especificidad, repetibilidad y reproducibilidad.

6.1. LINEALIDAD.

La linealidad de un sistema o método analítico es la confiabilidad para asegurar que los resultados obtenidos directamente o por medio de una transformación matemática bien definida son proporcionales a la concentración del analito en un intervalo determinado (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

6.2. EXACTITUD.

Es la concordancia entre un valor obtenido experimentalmente y el valor de referencia. Se expresa como el por ciento de recobro obtenido del análisis de muestras a las que se les ha adicionado cantidades conocidas de la sustancia. En el aspecto estadístico, la exactitud se aprecia por la diferencia entre una media observada y un valor de referencia (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

6.3. PRECISIÓN.

Representa la concordancia entre resultados analíticos individuales cuando se aplica repetidamente a diferentes muestreos de una muestra homogénea del producto; se expresa en términos de desviación estándar o de coeficiente de variación.



La precisión es una medida del grado de reproducibilidad y/o repetibilidad del método analítico bajo las condiciones normales de operación.

6.4. SENSIBILIDAD.

Es la variación mínima que se debe imponer a la magnitud medida (ejemplo concentración) para obtener una variación significativa del resultado de la medición (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

6.5. LÍMITE DE DETECCIÓN.

Es la mínima concentración de una muestra la cual puede ser determinada, pero no necesariamente cuantificada, bajo las condiciones de operación establecidas.

6.6. LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN.

Es la menor concentración de una muestra que puede ser determinada con precisión y exactitud aceptables bajo las condiciones de operación establecidas.

6.7. ESPECIFICIDAD.

Es la habilidad de un método analítico para obtener una respuesta debida únicamente al analito de interés y no a otros componentes de la muestra, es decir es un método que responde a un compuesto único y que no presenta interferencia alguna. (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

6.8. REPETIBILIDAD.

Es la precisión de un método analítico expresada como la concordancia obtenida entre determinaciones independientes realizadas bajo las mismas condiciones (analista, tiempo, instrumento, laboratorio, etc.).



6.9. REPRODUCIBILIDAD.

Es la precisión de un método analítico expresada como la concordancia entre determinaciones independientes realizadas bajo condiciones diferentes (diferente analista, diferente día, en el mismo o en diferente laboratorio, utilizando el mismo o diferente instrumento, etc.) (Lual, 1993; Castañeda, 1991).

7. *Espectrofotometría de Absorción Atómica.*

En 1953, el físico australiano, Alan Walsh, demostró que la absorción atómica podía usarse como herramienta del laboratorio químico para el análisis cuantitativo. Ahora la Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA) es una de las técnicas más ampliamente utilizada en la química analítica para la cuantificación de elementos metálicos.

La EAA constituye un medio sensible para la determinación cuantitativa de más de 60 elementos metálicos o metaloides. La aplicación analítica depende de que los átomos de un metal absorben fuerte y discretamente, a longitudes de onda características que coinciden con las líneas espectrales emitidas por el mismo metal. Pueden determinarse diversos metales en muestras de diferente naturaleza como tejidos vegetales y animales, fluidos biológicos, aire, suelo, agua, muestras industriales, farmacéuticas, entre otras.

El fenómeno que estudia la EAA puede dividirse en dos procesos principales: la producción de átomos libres de la muestra y la absorción de la radiación de una fuente externa por estos átomos.

Los espectros de absorción atómica de un elemento están constituidos por una serie de líneas de resonancia, todo con origen a estado basal y con destino en diferentes estados excitados (Willard, 1991).

El átomo de cualquier elemento está formado por un núcleo rodeado por electrones los cuales están determinados por su número atómico, estos electrones se encuentran distribuidos en los orbitales de acuerdo a la configuración electrónica, la energía más baja corresponde a la



configuración electrónica más estable, en la cual los electrones están en los orbitales que le corresponde y se conoce como "ESTADO BASAL", cuando el átomo absorbe energía, un electrón de algún orbital puede ser promovido a un orbital más alejado del núcleo y pasar al "ESTADO EXCITADO", este estado es de alta energía, es inestable y el electrón retorna espontáneamente a su estado original o estado basal, con emisión de energía se hace notar que la energía absorbida involucra la Espectroscopia de Absorción y el paso de decaimiento o retorno al estado basal involucra la Espectroscopia de Emisión, como se muestra en la Figura 1.

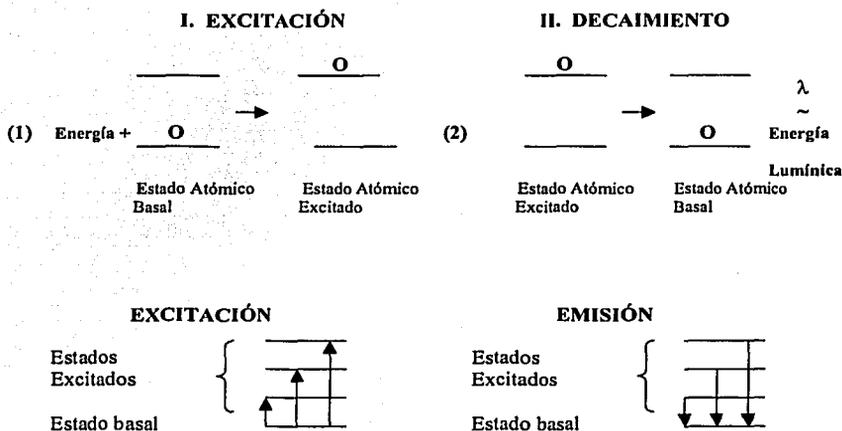


Figura 1. Procesos de Absorción y Emisión Atómica (Perkin Elmer 1982).

El espectro de absorción y de emisión de un elemento como átomo neutro consta de una serie de líneas bien definidas por su longitud de onda y su energía (0.001 nm de grosor); estas líneas provienen de las diferentes transiciones de electrones. La longitud de onda de la energía absorbida o emitida es directamente proporcional a la transición electrónica que se efectúa, como cada elemento posee un número de electrones y una distribución electrónica única, el espectro de emisión o de absorción también es único para cada elemento, estas longitudes de onda en EAA



se conocen como líneas de resonancia, es decir la transición entre el estado basal y el primer estado excitado, se conoce como primera línea de resonancia, es la línea con mayor absorptividad. La absorptividad de un elemento dado, disminuye conforme aumenta la diferencia de energía entre el estado basal y el excitado (Willard, 1991).

7.1. FUNDAMENTO.

La Espectroscopia de Absorción Atómica, es la técnica espectroscopia de absorción empleada para cuantificar elementos metálicos en estado gaseoso. Se basa en hacer pasar un haz de luz monocromática de una frecuencia tal que puede ser absorbida por el analito que se encuentra presente en forma de vapor atómico. La medida de la luz luminosa antes y después de su paso por el vapor atómico permite determinar la absorción de energía, la cual aumenta con la concentración del analito de la muestra, ya sea en su condición original o sujeta a pretratamiento. En el proceso anteriormente descrito se mide la cantidad de radiación de una fuente que es absorbida por los átomos, sobre todo para el análisis cuantitativo de metales con matrices complejas (NOM-117-SSA1-1994; Berder, 1992; Gary, 1991).

La Absorción Atómica cumple la ley de Beer, es decir, la absorbancia es directamente proporcional a la longitud de la trayectoria en la flama y a la concentración de vapor atómico en la flama; ambas variables son difíciles de determinar, pero la longitud de la trayectoria puede mantenerse constante y la concentración de vapor atómico es directamente proporcional a la concentración de sustancia analizada en la solución que se aspira. El procedimiento consiste en preparar una curva de calibración de concentración conocida del analito y obtener la absorbancia (Gary, 1991).

7.2. COMPONENTES DEL INSTRUMENTO.

Los componentes para el Espectrofotómetro de absorción atómica son:



7.2.1. Fuente de radiación.

Una fuente debe emitir λ específicas para el elemento a cuantificar, puesto que esta fuente aporta una alta sensibilidad y la convierte en una técnica analítica específica con un mínimo de interferencias.

7.2.1.1. Lámpara de cátodo hueco.

Es una fuente de línea fina que emite longitudes de onda específicas, consta de un cátodo hueco cilíndrico constituido por el elemento que se va a determinar o una aleación del mismo y un ánodo de tungsteno. Estos se encuentran dentro de un tubo de vidrio, con ventana de cuarzo (figura 2).

El tubo tiene una presión reducida y contiene un gas inerte, (argón o neón). Se imprime un voltaje elevado a través de los electrodos, logrando que los átomos de gases se ionicen en el ánodo (+). Estos iones positivos son acelerados hacia el cátodo (-). Al bombardear el cátodo, se logra que parte del metal se desaloje y se evapore. El metal evaporado se excita a niveles electrónicos elevados por los choques continuos con los iones gaseosos de alta energía. Cuando los electrones regresan al estado basal, se emiten las líneas características del elemento. También se emiten las líneas del gas de relleno, pero no suelen encontrarse muy cercanas a las líneas del elemento como para provocar interferencias.

En ciertos casos es posible emplear una aleación de varios elementos para formar el cátodo hueco y en este tipo de lámpara se emiten líneas de todos los elementos; estas lámparas reciben el nombre de lámparas de cátodo hueco de multielementos y pueden emplearse como fuente para dos o tres elementos. Tienen tiempos de vida más corto que las lámparas de elementos individuales, debido a la volatilización de cada uno de los elementos del cátodo y condensación en las paredes de la lámpara (Gary, 1991).

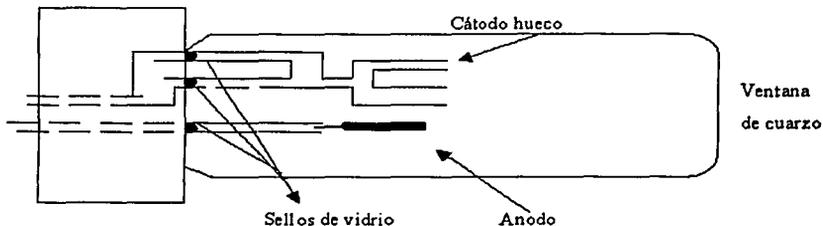


Figura 2. Lámpara de cátodo hueco (Skoog D, 1997).

7.2.1.2. Lámpara de descarga sin electrodos.

Son fuentes útiles con espectros de líneas atómicas y dan intensidades que por lo general son de uno a dos órdenes de magnitudes mayores que las de cátodo hueco. Una lámpara típica de este tipo consiste en un tubo de cuarzo herméticamente cerrado que contiene un gas inerte, como argón, y una pequeña cantidad del metal del analito. Se energiza mediante un campo intenso de radio-frecuencias o radiación de microondas. El argón se ioniza en este campo y los iones se aceleran por el componente de alta frecuencia del campo hasta que adquieren suficiente energía para excitar a los átomos del metal (Skoog, 1997).

7.2.2. Quemadores.

Existen dos tipos fundamentales de quemadores.

7.2.2.1. Quemador de consumo total.

En este los gases combustible y oxidante (soporte) se mezclan y se queman en la punta del quemador. El gas crea un vacío parcial por encima del capilar, éste es el proceso común de atomización que hace que la muestra ascienda por el capilar. El quemador se llama de consumo total porque toda la muestra aspirada entra en la flama.

Ventajas y desventajas. El quemador de consumo total evidentemente emplea toda la muestra que se aspira, pero la trayectoria recorrida es menor y muchas de las gotas de mayor tamaño no se



evaporan en la flama. Las gotas de mayor tamaño pueden evaporarse parcialmente dejando partículas sólidas en la trayectoria de la luz. Esto puede provocar dispersión luminosa que se registra como absorbancia. La población del vapor atómico, generalmente depende más de las velocidades de flujo del gas y de la altura de observación en la flama.

No obstante, el quemador de consumo total puede usarse para aspirar con facilidad, muestras viscosas y sólidos elevados, como suero no diluido y orina, este quemador puede usarse para casi todos los tipos de flama, tanto de velocidad alta como baja de quemado (Skoog, 1997).

7.2.2.2. Quemador con cámara de premezclado o quemador de flujo laminar.

En este el oxidante y el combustible se mezclan en una cámara antes de entrar a la cabeza del quemador. Las gotas grandes de la muestra se condensan y se eliminan por el drenaje, las gotitas restantes se mezclan con los gases (combustible-oxidante) y entran en la flama; se condensan casi el 90% y sólo entra un 10% a la flama.

Ventajas y desventajas. Generalmente los quemadores de premezclado se usan para flamas de quemado a baja velocidad, aunque gran parte de la muestra aspirada se pierde en el quemador, la "eficiencia de atomización" de la porción de muestra que entra en la flama es mayor, porque las gotas son más finas, la trayectoria es más larga. La combustión en los quemadores de premezclado es silenciosa y en los de consumo total suele ser ruidosa (Gary, 1991).

7.2.3. Flamas.

Las flamas que se emplean actualmente en absorción atómica se citan en la tabla 1, junto con las temperaturas de máxima combustión.

Tabla 1. *Temperaturas de combustión y velocidades de flamas comúnmente empleadas. (Gary D., 1991).*

Mezcla de la flama	Velocidad de quemado (cm ² /seg)	Temperatura máxima °C
Acetileno-aire	160	2300
Acetileno-oxido nitroso	180	2955

7.2.4. *Monocromador.*

Su función es proporcionar un haz de energía radiante con una longitud de onda nominal y una anchura de banda dada. Esta radiación incluye emisiones de la llama por excitación térmica y emisión térmica de compuestos y radicales así como de otros elementos que forman parte de la matriz.

El monocromador consiste de una entrada que proporciona una imagen óptica estrecha de la fuente de radiación, un colimador que hace paralela la radiación procedente de la entrada, una rejilla de difracción para dispersar la radiación incidente y una salida para aislar la banda espectral seleccionada, bloqueando toda la radiación dispersada excepto la del intervalo determinado (Willard, 1991).

Las principales características a considerar en la elección del monocromador para absorción atómica son su capacidad de distinguir entre dos líneas de longitud de onda próxima (resolución) y la energía o cantidad de luz que deja pasar (Berder, 1992; Bernejo, 1990).

7.2.5. *Detector.*

Es un transductor que convierten la energía radiante en una señal eléctrica y posteriormente en una corriente o voltaje en el circuito de lectura. Un detector ideal debe tener un amplio intervalo de longitudes de onda, una elevada sensibilidad, una elevada relación señal / ruido, una respuesta constante, y debe de poseer un tiempo de respuesta rápida y una mínima señal de salida en ausencia de iluminación. Existen dos tipos generales de transductores de radiación; uno responde



a los fotones y otro al calor, todos los detectores de fotones (fotoeléctricos o cuánticos) tienen una superficie activa capaz de absorber radiación (Willard, 1991; Skoog, 1997).

7.2.5.1. Detectores de fotones.

Existen diferentes tipos:

- Células fotovoltaicas, en las que la energía radiante genera una corriente en la interfase entre una capa semiconductor y un metal. Se usa principalmente para detectar y medir la radiación de la región visible, con una máxima sensibilidad alrededor de 550 nm.
- Fototubos, en los que la radiación causa la emisión de electrones a partir de una superficie sólida fotosensible.
- Tubos fotomultiplicadores. Es el más común en EAA, son capaces de discriminar entre una señal modulada de la fuente luminosa y la señal continua de la llama. Son muy sensibles a las radiaciones ultravioletas y visible, tienen tiempos de respuesta extremadamente rápidos y se limitan a medir radiación de baja potencia, debido a que la luz intensa causa un daño irreversible en la superficie fotoeléctrica.
- Detectores de fotoconductividad, en los que la absorción de la radiación por un semiconductor produce electrones y agujeros, dando lugar a un aumento de la conductividad.
- Fotodiodos de silicio, en los que los fotones aumentan la conductancia a través de una unión de polarización inversa.

7.2.5.2. Detectores de calor.

Los fotones antes mencionados no se aplican generalmente en el infrarrojo, ya que los fotones de esta región carecen de la energía suficiente para causar la fotoemisión de electrones, por lo tanto se necesitan detectores térmicos y basados en la fotoconducción (Berder, 1992; Willard, 1991).

7.2.5.3. Detector de estado sólido.

Estos detectores son los más actuales, puesto que son de mayor eficiencia, precisión y exactitud, también incluye un bajo ruido cargado del amplificador directamente sobre el arreglo del detector "chip", entonces la señal de cada segmento del detector es amplificada constantemente.



7.2.5.4. *Detector de arreglo de diodos.*

Los fotodiodos de silicón tienen una importancia notable, por que contienen a su lado un pequeño "chip" (la anchura del diodo individual es aproximadamente 0,02 mm). Con uno o dos de los detectores de arreglos de diodos localizados a lo largo del plano focal del monocromador toda la longitud puede ser monitorcada simultáneamente y tiene una alta velocidad de espectroscopia (Skoog, 1992).

7.3. TIPOS DE ESPECTROFOTÓMETROS.

7.3.1. *Modelo de un solo haz.*

Es el modelo más sencillo. En este sistema tanto la radiación proveniente de la flama como la de la fuente de radiación es continua, por lo que se produce corriente directa en el detector.

La radiación proveniente del cátodo hueco pasa a través de la flama, la línea de resonancia de interés se separa por un monocromador o filtro y pasa al detector; la desventaja que presenta este sistema son las interferencias que producen las radiaciones de la flama y las variaciones de intensidad de la fuente de radiación, las cuales no se pueden eliminar fácilmente. Este sistema se esquematiza en la figura 3.

Se calibra mediante la aspiración de un blanco y ajustando los mandos para leer una absorbancia igual a cero. Después se calibra aspirando soluciones estándar. Los datos de absorbancias resultantes se presentan frente a las concentraciones obteniendo así una curva de calibración. Con instrumentos de haz sencillo se deben realizar continuamente ajustes de calibración debido a los errores del instrumento (Skoog, 1992).

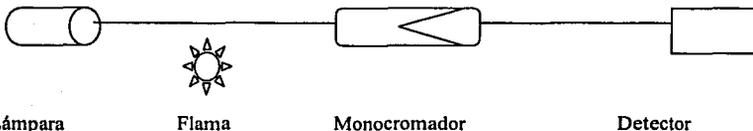


Figura 3. Sistema de un solo haz de corriente directa.



7.3.2. Modelo de haz doble.

Debido a las inestabilidades provocadas por las fluctuaciones de la intensidad de la fuente y de los dispositivos electrónicos se ha introducido el empleo de instrumentos de EAA con doble haz, pues son más estables. Los nuevos componentes son: un espejo desdoblador y un espejo semiplateado, estos dos espejos junto con los dos espejos fijos, facilitan un recorrido óptico de referencia. Este sistema se esquematiza en la figura 4.

El aparato de doble haz debe ser empleado para medir concentraciones de un elemento. El método de calibración y el análisis de las muestras es el mismo que el empleado en instrumentos de haz sencillo. Los de doble haz tienden a ser más estables, requieren con menos frecuencia ajustes de calibración, son en general más sensibles y su uso es más cómodo (Berder, 1992; Skoog, 1992).

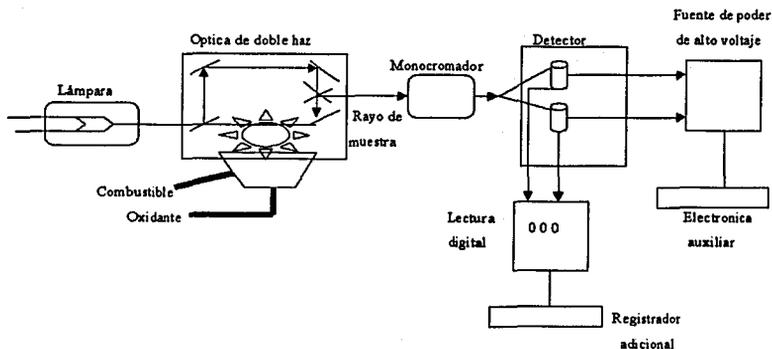


Figura 4. Sistema de doble haz de corriente alterna (Perkin Elmer, 1982).



7.4. INTERFERENCIAS.

Cuando se deseen resultados analíticos exactos deben de tenerse en cuenta posibles efectos o perturbaciones: espectrales, físicas o químicas, algunas pueden ser controladas en algún modo por elección apropiada del sistema de toma de muestra.

7.4.1. *Interferencias Espectrales.*

Pueden ser debidas a superposición de líneas emitidas por la fuente o líneas de absorción y de emisión de los elementos en la llama (Bermejo, 1990).

7.4.2. *Interferencias Químicas.*

Las interacciones químicas son generalmente la consecuencia de una disociación incompleta de los compuestos en que interviene el elemento a determinar. Por lo tanto, el resultado analítico de la determinación de un metal depende de los otros elementos o compuestos que estén presentes en la disolución.

En ocasiones estas interacciones desaparecen utilizando llamas de mayor temperatura o adicionando compuestos para formar moléculas más estables con el anión que causa la interferencia.

Formación de compuestos refractarios. La solución de muestra puede contener algún producto químico, generalmente un anión que forma un compuesto refractario (estable al calor) con el elemento de prueba en la flama, este tipo de interferencia de solución puede reducirse o eliminarse químicamente, puede añadirse a la solución una concentración elevada (1%) de estroncio o de cloruro de lantano combinándose con el fosfato y evita su reacción con el calcio, otra alternativa es añadir una concentración elevada de EDTA a la solución para formar un quelato con el calcio, así se evita que reaccione con el fosfato y el quelato calcio-EDTA se disocie en la flama produciendo vapor de calcio libre. Se produce una interferencia más grave cuando el metal analizado reacciona con gases presentes en la flama (Bermejo, 1990).



Los elementos refractarios, como aluminio, titanio, vanadio, etc.; reaccionan con especies O_2 y OH^- de la flama, produciendo óxidos e hidróxidos metálicos estables térmicamente, estos solo pueden descomponerse empleando flama de temperatura elevada.

7.4.3. Interferencias por ionización.

Se presenta cuando el analito es de fácil ionización, puede evitarse adicionando un exceso de un elemento de más fácil ionización; por ejemplo, potasio en el caso de la determinación de estroncio.

7.4.4. Interferencias de masa o matriz.

Son causados por la viscosidad o naturaleza de la disolución de la muestra, ya que el aumento de la concentración de sólidos disueltos ejerce un efecto de matriz al hacer más lento el paso de la disolución produciendo una absorbancia menor; estos efectos son indeseables, el mejor método para conocer su presencia es el análisis de muestras por un método independiente o por el empleo de la técnica de adición estándar, los métodos generales de corrección son la autocorrección, volatilización y extracción (Bermejo, 1990).

7.5. ABSORCIÓN DE FONDO.

Es una interferencia común en EAA que puede tener diferentes orígenes, tales como:

- La presencia de moléculas en la muestra que pasan a la llama y afectan el haz de radiación, pudiendo ser corregida la absorción de fondo al momento de ajustar el instrumento.
- Cuando este presente gran cantidad de sales en la muestra, mismas que llegan a la llama y producen absorción de fondo, a consecuencia de la luz dispersa o por absorción molecular.
- Cuando se emplean atomizadores electrotérmicos (horno de grafito) durante la fase de atomización, donde algún material orgánico puede ser desprendido causando humo y atenuación del haz de radiación.

Para corregir la absorción de fondo se emplean cuatro métodos principales:



7.5.1. *Método de corrección de las dos líneas.*

Involucra dos medidas de absorbancia a longitudes de onda generadas por una lámpara de cátodo hueco, la línea utilizada para corregir la absorción de fondo no debe estar separada más de 20 nm de la línea de resonancia del elemento. La 1ª se hace a la λ de resonancia y proporciona la absorbancia combinada de las especies no atómicas y del analito, la 2ª λ no-absorbente para el analito da sólo la absorbancia de las especies no atómicas, la diferencia entre estas dos absorbancias nos proporciona la absorbancia atómica del analito libre de absorción de fondo (Skoog, 1997; Willard, 1991).

7.5.2. *Método de corrección con una fuente continua.*

Se utiliza una lámpara de deuterio como fuente de radiación continua en toda la región ultravioleta. La configuración del cortador se modifica para que la radiación de la fuente continua y de la lámpara de cátodo hueco pase alternadamente a través del atomizador de tubo de grafito, en consecuencia la atenuación de su potencia durante el paso de la muestra atomizada, indica la absorción de banda ancha o la dispersión producida por los componentes de la matriz de la muestra. De esta forma se consigue una corrección de fondo (Skoog, 1997; Willard, 1991).

7.5.3. *Corrección de fondo basada en el efecto de Zeeman.*

Se basa en la distinta respuesta a la radiación polarizada de los dos tipos de picos de absorción. La línea espectral se divide en un mínimo de tres componentes, el componente central (π) presenta la misma λ de la línea espectral original y los componentes se presentan con separación de λ y con diferentes planos de polarización respecto al campo magnético, los correctores de fondo Zeeman diferencian esta polaridad, donde la absorción en la componente σ corresponde a la absorción de fondo, electrónicamente la resta a la absorción de la componente λ , obteniendo la corrección de fondo.

7.5.4. *Corrección de fondo Smith-Hieftje.*

Basada en una fuente con autocorrección, en el hecho de que la absorbancia medida para un elemento se reduce al incrementarse la corriente que llega a la lámpara de cátodo hueco, mientras



que la absorción de sustancias absorbentes no específicas permanece idéntica en todos los niveles de corriente; en estas condiciones se sustrae y corrige la absorbancia debido al fondo no específico (Skoog, 1997; Willard, 1991).

7.6. MÉTODO DE ADICIÓN DE UN ESTÁNDAR.

Este método se basa en transferir en segundos matraces dos o más alícuotas de la muestra. Una se diluye al volumen, y la otra se añade una cantidad conocida de analito antes de aforar al mismo volumen. Se mide la absorbancia de cada una. Si existe una relación lineal entre la absorbancia y la concentración, son validas las siguientes relaciones:

$$A_x = \frac{k V_x C_x}{V_T} \quad \text{antes} \quad A_T = \frac{k V_x C_x}{V_T} + \frac{k V_s C_s}{V_T}$$

Donde V_x y C_x son el volumen y la concentración de la disolución del analito, V_s y C_s son el volumen y la concentración del estándar, V_T es el volumen total, k es la constante de proporcionalidad y, A_x y A_T son las absorbancias de la muestra y la muestra más estándar, respectivamente. El método de la adición presenta la ventaja de que a menudo compensa las variaciones originadas por las interferencias físicas y químicas de la disolución de la muestra (Bermejo, 1990; Willard, 1991).



II. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA.

Para el desarrollo de un método analítico en cualquier laboratorio de prueba es necesario realizar pruebas de desempeño ya que estas son una herramienta de control de calidad.

Actualmente la asociación responsable de la acreditación y vigilancia de que los laboratorios de prueba cumplan con el reglamento, es la Entidad Mexicana de Acreditamiento (EMA) quien requiere que todo laboratorio que realiza pruebas analíticas siga los lineamientos para la acreditación del mismo.

La NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-010-STPS-1999 relativa a las condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se producen, almacenen o manejen sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral especifica un método analítico para la cuantificación de metales pesados en aire, sin embargo, para la implementación de este en el laboratorio de prueba, es necesario realizar pruebas de desempeño, ya que por medio de estas se evalúan los materiales, equipo, personal involucrado y se asegura la confiabilidad de los resultados así como el cumplimiento de la NOM-010-STPS-1999.

Finalmente con el desarrollo del método analítico que cumple con las pruebas de desempeño en el laboratorio de prueba, este podrá fungir como laboratorio autorizado para analizar muestras del medio ambiente laboral trayendo como beneficio la salud del ambiente laboral de los trabajadores así como la productividad de la empresa.



III. OBJETIVO GENERAL.

Realizar pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb en ambiente laboral por Espectroscopia de Absorción Atómica de acuerdo al procedimiento 052 de la NOM-010-STPS-1999.

OBJETIVOS PARTICULARES.

1. Demostrar la eficiencia del método analítico para la determinación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb por medio de las pruebas de desempeño.
2. Realizar la validación del sistema para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb por absorción atómica de acuerdo al procedimiento 052.
3. Realizar la validación del método para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb por absorción atómica de acuerdo al procedimiento 052.
4. Realizar un Procedimiento Normalizado de Operación para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb para la acreditación de un laboratorio que realice análisis de muestras de aire en el ambiente laboral.



IV. HIPÓTESIS

Mediante la realización de las pruebas de desempeño para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb en ambiente laboral y la elaboración de un procedimiento normalizado de operación, se obtendrán resultados confiables que satisfagan los criterios de calidad especificados en el procedimiento 052 de la NOM-010-STPS-1999.



V. DISEÑO EXPERIMENTAL.

1. Condiciones experimentales.

Equipo:

Espectrofotómetro Varian AA-1475

Flama: Aire-Acetileno (5 L/min / 1 L/min)

Tabla 2. *Condiciones de Operación del Espectrofotómetro Varian AA-1475*

LÁMPARA	LONGITUD DE ONDA (nm)	CORRIENTE MÁXIMA(mA)	CORRIENTE DE OPERACIÓN(mA)	SLIT
Cd	228.8	08.0	04.0	0.8
Co	240.7	20.0	10.0	0.8
Cr	357.9	20.0	10.0	0.5
Ni	232.0	14.0	07.0	0.8
Pb	217.0	10.0	05.0	0.8

2. Validación.

2.1. VALIDACIÓN DEL SISTEMA.

2.1.1. Linealidad del sistema.

Se determinó construyendo una curva de calibración (concentración Vs respuesta medida) utilizando cuando menos cinco diluciones preparadas a partir de una misma solución patrón, haciendo el análisis por duplicado. Se incluyo la concentración seleccionada como el 100%.

Calcular: C.V., r, r².



2.1.2. Precisión del sistema.

Se determinó el análisis por sextuplicado de una misma solución estándar correspondiente al 100% establecido en la linealidad del sistema.

Calcular: C.V.

2.1.3. Límite de detección y cuantificación.

Se determinó preparando dos soluciones, una concentración cinco veces mayor al límite de detección reportado en el manual de Operación del Espectrofotómetro Varian AA1475 y la segunda es el doble de la primera. Cada solución se leyó veinte veces. Entre cada lectura se leyó el blanco. Se reporto la media del límite de detección y cuantificación.

2.2. VALIDACIÓN DEL MÉTODO.

2.2.1. Linealidad del método.

Se determinó a partir de muestras adicionadas de cuando menos tres diferentes cantidades de la sustancia de interés, incluyendo el 100%, cada uno de manera independiente, realizando el análisis por triplicado.

Las concentraciones de las muestras adicionadas fueron las adecuadas, para que las concentraciones de las soluciones finales a analizar estuvieran dentro del intervalo de la linealidad del sistema, incluyendo siempre la correspondiente al 100 %. Se llevo acabo por un mismo analista en las mismas condiciones de operación.

Calcular: $m \approx 1$, $b \approx 0$, r^2 y C.V.

Se calculó el por ciento recuperado (R) para cada cantidad.

Se gráfico la cantidad adicionada Vs cantidad recuperada.

2.2.2. Exactitud y Repetibilidad al 100%

Se determinó de cuando menos seis muestras adicionadas de manera independiente con la cantidad necesaria de la sustancia de interés para obtener la concentración al 100%. El análisis se realizó en las mismas condiciones de operación y por el mismo analista.

Calcular: C.V.



2.2.3. *Precisión (Reproducibilidad).*

Se determinó a partir de una muestra homogénea cercana al 100 % de la concentración reportada en la literatura, se proceso por dos analistas, en dos días diferentes y el análisis se realizó por triplicado.

Calcular: C.V.

El siguiente inciso es para establecer las fuentes de variación del método (la cual no constituye un requisito mínimo dentro de la validación) consultar el inciso **a del anexo A**, en este inciso se describe la estadística adicional para la prueba de precisión específicamente de la **reproducibilidad**.

Esta prueba evalúa el método con el estudio de las siguientes variables: analista, día, equipo, laboratorio, etc.; es decir, las variables que la persona que está validando el método considere que deben evaluarse.

Cuando se evalúe el efecto del analista sobre el método en diferentes días, se está observando el comportamiento del método con dos factores fundamentales. Un método es reproducible en cuanto a los factores que se analizan y no en otros.

2.2.4. *Estabilidad de la muestra analítica.*

Se determinó mediante la comparación de los resultados de los análisis iniciales de tres muestras con los obtenidos de las mismas muestras después de permanecer por un tiempo determinado en diferentes condiciones.

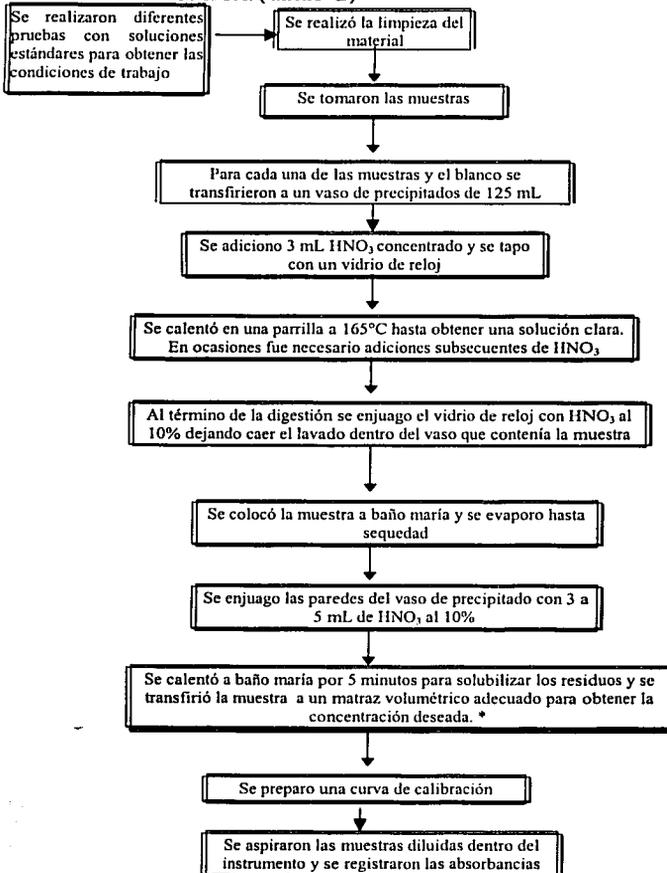
Se almacenó las muestras analizadas bajo distintas condiciones (temperatura ambiente 23 °C y refrigeración 4°C) durante un tiempo de 48 horas preestablecido por el analista. Se reanalizaron las muestras bajo las mismas condiciones de operación, utilizando una solución de referencia recientemente preparada, para cada tiempo, de acuerdo a lo establecido en el método analítico.

La determinación se efectuó por el mismo analista.

Calcular: C.V.



3. Procedimiento 052 de la NOM-010-STPS-1999.

DETERMINACIÓN DE METALES-MÉTODO DE ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA. (anexo B)

TESIS CON FALLA DE ORIGEN

*ANEXO B, PUNTO 8.32.



VI. RESULTADOS

CADMIO

*Linealidad del sistema*Tabla 3. *Linealidad del Sistema para Cd*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA	FACTOR
0.5	0.034	0.0680
0.5	0.034	0.0680
1.0	0.068	0.0680
1.0	0.068	0.0680
2.0	0.139	0.0695
2.0	0.140	0.0700
3.0	0.205	0.0683
3.0	0.206	0.0686
4.0	0.273	0.0682
4.0	0.274	0.0685
5.0	0.334	0.0668
5.0	0.335	0.0670

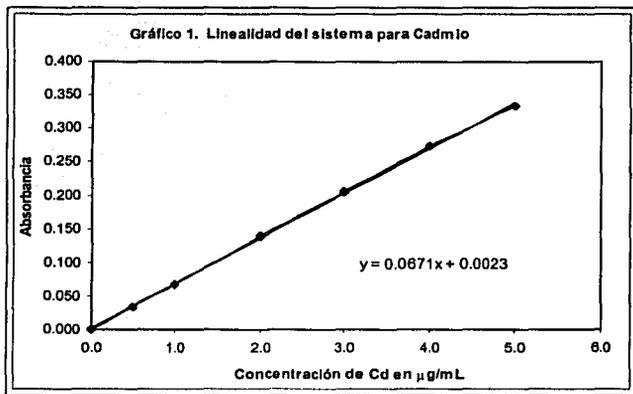


Tabla 4. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
$r \geq 0.99$	$r = 0.999$
$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.999$
C.V. $\leq 1.50 \%$	C.V. = 1.3 %

En la tabla 4 se observa que se cumple con los criterios para Linealidad del Sistema.

Precisión del sistema.

Tabla 5. *Precisión del Sistema para Cd*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA
3	0.193
3	0.192
3	0.195
3	0.193
3	0.192
3	0.193

Tabla 6. *Criterio de Aceptación y valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. $\leq 1.50 \%$	C.V. = 0.56 %

De acuerdo a la Tabla 6, se cumple con el criterio para Precisión del sistema.

**COBALTO***Linealidad del sistema*Tabla 7. *Linealidad del Sistema para Co*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA	FACTOR
0.5	0.009	0.0180
0.5	0.009	0.0180
1.0	0.018	0.0180
1.0	0.018	0.0180
2.0	0.036	0.0180
2.0	0.036	0.0180
3.0	0.053	0.0176
3.0	0.053	0.0176
4.0	0.071	0.0177
4.0	0.071	0.0177
5.0	0.089	0.0178
5.0	0.090	0.0180

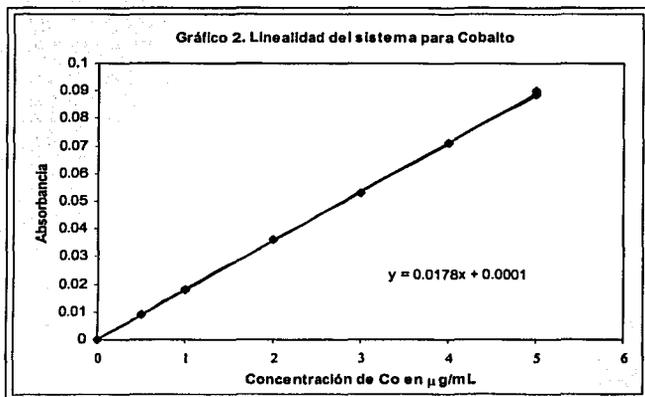


Tabla 8. *Criterio de aceptación y Valores experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
$r \geq 0.99$	$r = 0.999$
$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.999$
C.V. $\leq 1.50\%$	C.V. = 0.81%

En la Tabla 8 se observa que se cumple con los criterios para Linealidad del Sistema.

Precisión del sistema

Tabla 9. *Precisión del sistema para Co*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA
3	0.036
3	0.037
3	0.037
3	0.037
3	0.037
3	0.037

Tabla 10. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. $\leq 1.50\%$	C.V. = 1.1%

De acuerdo a la Tabla 10 se cumple con el criterio para Precisión del sistema

**CROMO****Linealidad del sistema****Tabla 11. Linealidad del Sistema para Cr**

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA	FACTOR
2.0	0.002	0.0010
2.0	0.002	0.0010
4.0	0.004	0.0010
4.0	0.004	0.0010
6.0	0.006	0.0010
6.0	0.006	0.0010
8.0	0.008	0.0010
8.0	0.008	0.0010
10.0	0.010	0.0010
10.0	0.010	0.0010
12.0	0.012	0.0010
12.0	0.0118	0.0009

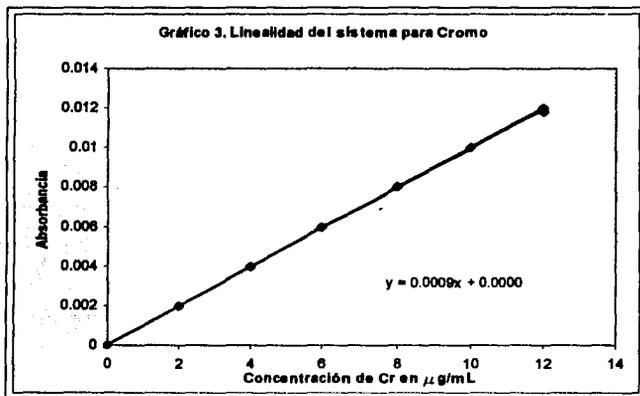


Tabla 12. *Criterio de aceptación y Valores experimentales*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
$r \geq 0.99$	$r = 0.999$
$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.999$
C.V. $\leq 1.50 \%$	C.V. = 0.48 %

En la Tabla 12 se observa se cumple con el criterio para Linealidad del sistema

Precisión del sistema.

Tabla 13. *Precisión del sistema para Cr*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA
6	0.007
6	0.007
6	0.007
6	0.007
6	0.007
6	0.007

Tabla 14. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. $\leq 1.50 \%$	C.V. = 0.00 %

De acuerdo a la tabla 14 se cumple con el criterio para Precisión del sistema

**NÍQUEL****Linealidad del sistema****Tabla 15. Linealidad del Sistema para Níquel**

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA	FACTOR
0.5	0.008	0.0160
0.5	0.008	0.0160
1.0	0.016	0.0160
1.0	0.016	0.0160
2.0	0.032	0.0160
2.0	0.032	0.0160
3.0	0.047	0.0156
3.0	0.048	0.0160
4.0	0.063	0.0157
4.0	0.063	0.0157
5.0	0.079	0.0158
5.0	0.076	0.0152

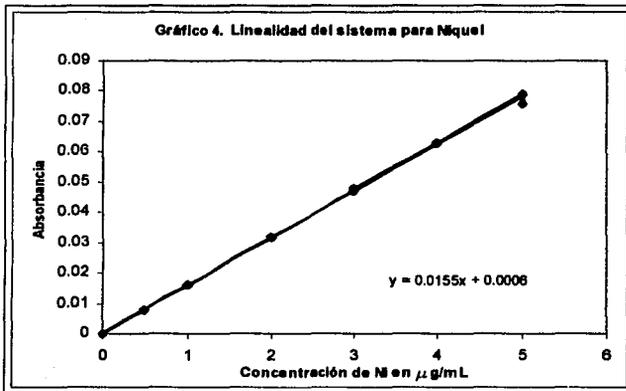


Tabla 16. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
$r \geq$	0.99	$r =$	0.999
$r^2 \geq$	0.98	$r^2 =$	0.999
C.V. \leq	1.50 %	C.V. =	1.50 %

En la Tabla 16 se observa que se cumple con el criterio de Linealidad del sistema

Precisión del sistema

Tabla 17. *Precisión del Sistema para Ni*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA
3	0.036
3	0.036
3	0.036
3	0.036
3	0.037
3	0.036

Tabla 18. *Criterio de Aceptación y valores Experimentales.*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
C.V. \leq	1.50 %	C.V. =	1.12 %

De acuerdo a la tabla 18 se cumple con el criterio para Precisión del sistema

**PLOMO***Linealidad del sistema*Tabla 19. *Linealidad del Sistema para Pb*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA	FACTOR
0.5	0.008	0.0160
0.5	0.008	0.0160
1.0	0.016	0.0160
1.0	0.016	0.0160
2.5	0.040	0.0160
2.5	0.040	0.0160
5.0	0.080	0.0160
5.0	0.079	0.0158
10.0	0.160	0.0160
10.0	0.160	0.0160

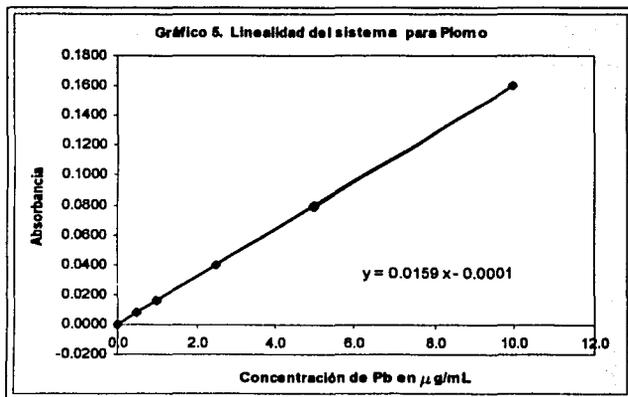


TABLA 20. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
$r \geq$	0.99	$r =$	0.999
$r^2 \geq$	0.98	$r^2 =$	0.999
C.V. \leq	1.50 %	C.V. =	0.39 %

En la tabla 20, se observa que se cumple con el criterio para Linealidad del sistema

Precisión del sistema

Tabla 21. *Precisión del sistema para Pb*

($\mu\text{g/mL}$)	ABSORBANCIA
5	0.057
5	0.058
5	0.057
5	0.057
5	0.057
5	0.057

Tabla 22. *Criterio de Aceptación y Valores experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. \leq 1.50 %	C.V. = 0.71 %

De acuerdo a la tabla 22 se cumple con el criterio para Precisión del sistema



CADMIO

*Límite de Detección y Cuantificación*Tabla 23. *Límite de Detección y cuantificación para Cd*

LECTURA	$\mu\text{g / mL}$	
	0.01	0.02
1	0.002	0.004
2	0.002	0.003
3	0.002	0.004
4	0.002	0.004
5	0.002	0.003
6	0.002	0.004
7	0.002	0.003
8	0.002	0.003
9	0.002	0.004
10	0.002	0.003
11	0.001	0.003
12	0.002	0.003
13	0.002	0.003
14	0.001	0.003
15	0.002	0.003
16	0.002	0.003
17	0.002	0.003
18	0.001	0.003
19	0.002	0.003
20	0.002	0.003

Tabla 24. *Límite de Detección y cuantificación de las dos soluciones*

CONCENTRACIÓN	0.01 $\mu\text{g / mL}$	0.02 $\mu\text{g / mL}$
Límite de detección (LD) =	0.0059	0.0082
Límite de cuantificación (LC) =	0.011	0.016

Tabla 25. *Límite de Detección y cuantificación final*

Límite de detección (LD)	Límite de cuantificación (LC)
$\mu\text{g / mL}$	$\mu\text{g / mL}$
0.007	0.014



COBALTO

*Límite de Detección y cuantificación*Tabla 26. *Límite de Detección y cuantificación para Co*

LECTURA	$\mu\text{g} / \text{mL}$	$\mu\text{g} / \text{mL}$
	0.03	0.06
1	0.002	0.003
2	0.002	0.003
3	0.001	0.003
4	0.001	0.003
5	0.001	0.003
6	0.001	0.003
7	0.001	0.003
8	0.002	0.003
9	0.002	0.003
10	0.002	0.003
11	0.002	0.003
12	0.001	0.003
13	0.001	0.003
14	0.001	0.004
15	0.002	0.004
16	0.001	0.004
17	0.002	0.004
18	0.001	0.004
19	0.001	0.004
20	0.002	0.004

Tabla 27. *Límite de Detección y cuantificación de las dos soluciones*

CONCENTRACIÓN	0.03 $\mu\text{g} / \text{mL}$	0.06 $\mu\text{g} / \text{mL}$
Límite de detección (LD) =	0.031	0.026
Límite de cuantificación (LC) =	0.063	0.052

Tabla 28. *Límite de Detección y cuantificación final*

Límite de detección Final (L.D)	Límite de cuantificación (L.C)
$\mu\text{g} / \text{mL}$	$\mu\text{g} / \text{mL}$
0.028	0.057

**CROMO***Límite de Detección y cuantificación*Tabla 29 *Límite de Detección y cuantificación para Cr*

LECTURA	$\mu\text{g/mL}$	
	1	2
1	0.001	0.002
2	0.001	0.002
3	0.001	0.002
4	0.001	0.002
5	0.001	0.002
6	0.001	0.002
7	0.001	0.002
8	0.001	0.002
9	0.001	0.002
10	0.001	0.003
11	0.001	0.003
12	0.002	0.003
13	0.002	0.003
14	0.002	0.003
15	0.002	0.003
16	0.002	0.003
17	0.002	0.003
18	0.002	0.003
19	0.002	0.003
20	0.002	0.003

Tabla 30. *Límite de Detección y cuantificación de las dos soluciones*

CONCENTRACIÓN	1.0 $\mu\text{g/mL}$	2.0 $\mu\text{g/mL}$
Límite de detección (LD) =	1.05	1.20
Límite de cuantificación (LC) =	2.11	2.40

Tabla 31. *Límite de Detección y cuantificación final*

Límite de detección (LD)	Límite de cuantificación (LC)
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$
1.12	2.25

**NÍQUEL****Límite de Detección y cuantificación**

Tabla 32. Límite de Detección y cuantificación para Ni

LECTURA	$\mu\text{g} / \text{mL}$	$\mu\text{g} / \text{mL}$
	0.02	0.04
1	0.001	0.003
2	0.001	0.003
3	0.001	0.003
4	0.002	0.003
5	0.002	0.003
6	0.002	0.003
7	0.002	0.003
8	0.002	0.003
9	0.002	0.003
10	0.001	0.003
11	0.001	0.003
12	0.001	0.004
13	0.001	0.004
14	0.002	0.004
15	0.002	0.004
16	0.000	0.003
17	0.000	0.003
18	0.000	0.003
19	0.000	0.003
20	0.000	0.003

Tabla 33. Límite de Detección y cuantificación de las dos soluciones

CONCENTRACIÓN	0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$	0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$
Límite de detección (LD) =	0.042	0.015
Límite de cuantificación (LC) =	0.084	0.030

Tabla 34. Límite de Detección y cuantificación final

Límite de detección (LD)	Límite de cuantificación (LC)
$\mu\text{g} / \text{mL}$	$\mu\text{g} / \text{mL}$
0.028	0.057

**PLOMO****Límite de Detección y cuantificación**Tabla 35. *Límite de Detección y cuantificación para Pb*

LECTURA	µg / mL	
	0.1	0.2
1	0.007	0.014
2	0.007	0.014
3	0.007	0.014
4	0.007	0.014
5	0.007	0.014
6	0.007	0.014
7	0.007	0.014
8	0.007	0.014
9	0.007	0.014
10	0.007	0.014
11	0.008	0.016
12	0.008	0.016
13	0.008	0.016
14	0.008	0.016
15	0.008	0.016
16	0.008	0.016
17	0.008	0.016
18	0.008	0.016
19	0.008	0.015
20	0.008	0.015

Tabla 36. *Límite de Detección y cuantificación de las dos soluciones*

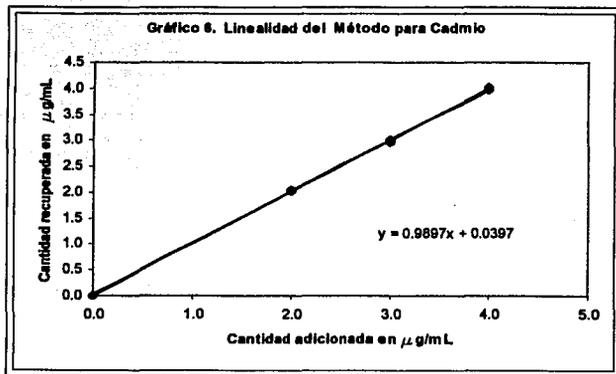
CONCENTRACIÓN	0.1 µg / mL	0.2 µg / mL
Límite de detección (LD) =	0.020	0.039
Límite de cuantificación (LC) =	0.041	0.078

Tabla 37. *Límite de Detección y cuantificación final*

Límite de detección (LD)	Límite de cuantificación (LC)
µg / mL	µg / mL
0.029	0.059

**CADMIO****Linealidad del Método****Tabla 38. Linealidad del Método para Cd**

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$	RECUPERADO
2.0	2.025	101.2
2.0	2.038	101.9
2.0	2.025	101.2
3.0	3.000	100.0
3.0	2.959	98.6
3.0	3.000	100.0
4.0	3.970	99.2
4.0	4.029	100.7
4.0	4.029	100.7
Promedio =		100.4

**Tabla 39. Criterio de Aceptación y Valores Experimentales.**

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
$m \approx$	1	$m =$	0.989
$b \approx$	0	$b =$	0.03
$r \geq$	0.99	$r =$	0.999
$r^2 \geq$	0.98	$r^2 =$	0.999
C.V. \leq	3.00 %	C.V. =	1.04 %

Tabla 40. *Intervalo de confianza, ordenada al origen*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "b"		
-0.047 ≤	0.03	≤ 0.123

Tabla 41. *Intervalo de Confianza, pendiente*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "m"		
0.797 ≤	0.990	≤ 1.182

Se cumple con los criterios para Linealidad del Método

Exactitud y Repetibilidad

Tabla 42. *Exactitud y Repetibilidad del Método para Cd*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
µg/mL	µg/mL	RECUPERADO
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.016	100.52
3	3.000	100.00
3	2.984	99.47
3	3.000	100.00
Promedio =		100.00

Tabla 43. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. ≤ 3.0 %	C.V. = 0.36 %

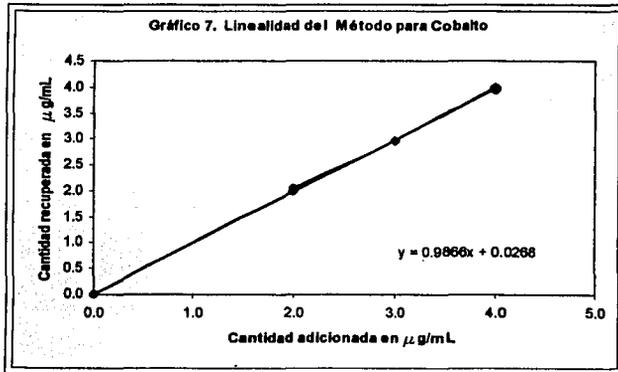
Tabla 44. *Intervalo de Confianza, exactitud*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA EXACTITUD		
99.5 ≤	100.0	≤ 100.4

Se cumple con los criterios para Exactitud

**COBALTO****Linealidad del Método****Tabla 45. Linealidad del Método para Co**

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$	RECUPERADO
2.0	2.000	100.00
2.0	2.000	100.00
2.0	2.040	102.00
3.0	2.960	98.66
3.0	2.960	98.66
3.0	2.960	98.66
4.0	4.000	100.00
4.0	4.000	100.00
4.0	3.959	98.98
Promedio =		99.66

**Tabla 46. Criterio de Aceptación y Valores Experimentales**

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
$m \approx$	1	$m =$	0.986
$b \approx$	0.0	$b =$	0.02
$r \geq$	0.99	$r =$	0.999
$r^2 \geq$	0.98	$r^2 =$	0.999
C.V. \leq	3.0 %	C.V. =	1.08 %

Tabla 47. *Intervalo de Confianza, ordenada*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "b"		
-0.056 ≤	0.026	≤ 0.109

Tabla 48. *Intervalo de Confianza, pendiente*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "m"		
0.799 ≤	0.986	≤ 1.173

Se cumple con los criterios para Linealidad del Método

Exactitud y Repetibilidad

Tabla 49. *Exactitud y repetibilidad para el Método*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
µg/mL	µg/mL	RECUPERADO
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.071	102.38
3	3.000	100.00
Promedio =		100.39

Tabla 50. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. ≤ 3.0 %	C.V. = 1.05 %

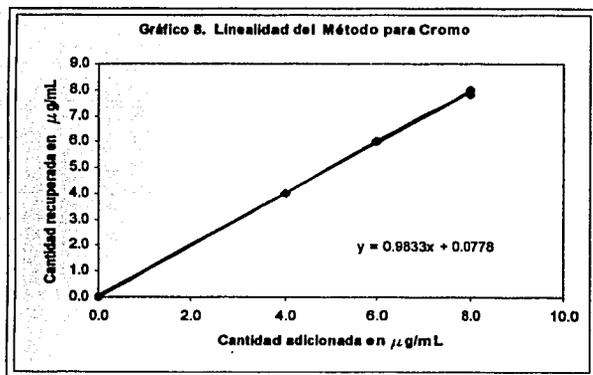
Tabla 51. *Intervalo de confianza, Exactitud*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA EXACTITUD		
99.07 ≤	100.3	≤ 101.7

Se cumple con los criterios para Exactitud

**CROMO****Linealidad del Método**Tabla 52. *Linealidad del Método para Cr*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$	RECUPERADO
4.0	4.000	100.00
4.0	4.000	100.00
4.0	4.000	100.00
6.0	6.000	100.00
6.0	6.000	100.00
6.0	6.000	100.00
8.0	8.000	100.00
8.0	8.000	100.00
8.0	7.800	97.50
Promedio =		99.72

Tabla 53. *Criterio de Aceptación y Valores experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
$m \approx 1$	$m = 0.983$
$b \approx 0$	$b = 0.07$
$r \geq 0.99$	$r = 0.999$
$r^2 \geq 0.98$	$r^2 = 0.998$
$C.V. \leq 3.0\%$	$C.V. = 0.83\%$

Tabla 54. *Intervalo de Confianza, ordenada*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "b"		
-0.154	≤	0.07 ≤ 0.230

Tabla 55. *Intervalo de confianza, pendiente*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "m"		
0.766	≤	0.983 ≤ 1.20

Se cumple con los criterios para Linealidad del Método

Exactitud y Repetibilidad

Tabla 56. *Exactitud y Repetibilidad para el Método*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
µg / mL	µg / mL	RECUPERADO
6	6.00	100.00
6	6.00	100.00
6	6.00	100.00
6	6.00	100.00
6	6.00	100.00
6	6.00	100.00
Promedio =		100.00

Tabla 57. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V ≤ 3.0 %	C.V. = 0.00 %

Tabla 58. *Intervalo de Confianza, Exactitud*

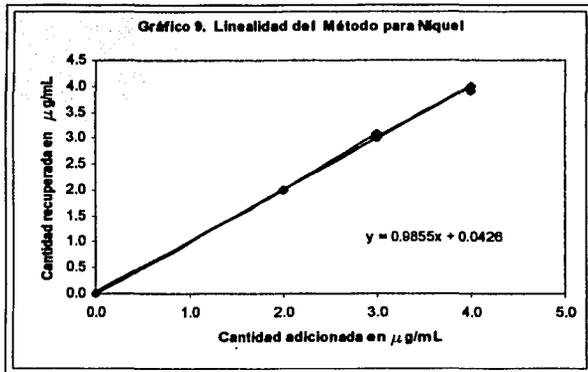
INTERVALO DE CONFIANZA PARA EXACTITUD		
100.0	≤	100.0 ≤ 100.0

Se cumple con los criterios para Exactitud

**NÍQUEL****Linealidad del Método****Tabla 59. Linealidad del Método para Ni**

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$	RECUPERADO
2.0	2.000	100.00
2.0	2.000	100.00
2.0	2.000	100.00
3.0	3.078	102.63
3.0	3.000	100.00
3.0	3.000	100.00
4.0	4.000	100.00
4.0	3.913	97.82
4.0	4.000	100.00

Promedio = 100.05

**Tabla 60. Criterio de Aceptación y Valores experimentales**

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
$m =$ 1	$m =$ 0.985
$b =$ 0	$b =$ 0.04
$r \geq$ 0.99	$r =$ 0.998
$r^2 \geq$ 0.98	$r^2 =$ 0.997
C.V. \leq 3.0%	C.V. = 1.20%

Tabla 61. *Intervalo de Confianza, ordenada al origen*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "b" (I.C)		
-0.084	≤	0.04 ≤ 0.169

Tabla 62. *Intervalo de confianza, pendiente*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "m" (I.C)		
0.699	≤	0.985 ≤ 1.271

Se cumple con los criterios para Linealidad del Método

Exactitud y Repetibilidad

Tabla 63. *Exactitud y Repetibilidad para el Método*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
µg/mL	µg mL	RECUPERADO
3	3.100	103.33
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.000	100.00
3	3.100	103.33
3	3.000	100.00
Promedio =		101.11

Tabla 64. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. ≤ 3.0 %	C.V. = 1.8 %

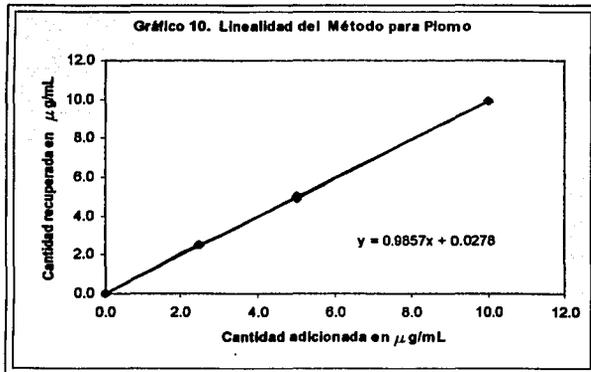
Tabla 65. *Intervalo de confianza, Exactitud*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA EXACTITUD		
99.16	≤	101.1 ≤ 103.23

Se cumple con los criterios para Exactitud

**PLOMO***Linealidad del Método*Tabla 66. *Linealidad del Método para Pb*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
$\mu\text{g/mL}$	$\mu\text{g/mL}$	RECUPERADO
2.5	2.500	100.00
2.5	2.500	100.00
2.5	2.500	100.00
5.0	4.944	98.88
5.0	5.000	100.00
5.0	4.888	97.77
10.0	9.888	98.88
10.0	9.888	98.88
10.0	9.888	98.88
Promedio =		99.25

Tabla 67. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
$m \approx$	1	$m =$	0.985
$b \approx$	0	$b =$	0.02
$r \geq$	0.99	$r =$	0.999
$r^2 \geq$	0.98	$r^2 =$	0.999
C.V. \leq	3.0 %	C.V. =	0.79 %

Tabla 68. *Intervalo de Confianza, ordenada al origen*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "b"		
-0.0244	≤	0.02 ≤ 0.080

Tabla 69. *Intervalo de Confianza, pendiente*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA "m"		
0.930	≤	0.985 ≤ 1.041

Se cumple con los criterios para Linealidad del Método

Exactitud y Repetibilidad

Tabla 70 *Exactitud y Repetibilidad para el Método*

CANT. ADIC.	CANT. RECUP.	%
		RECUPERADO
5	5.000	100.00
5	5.000	100.00
5	5.000	100.00
5	4.906	98.11
5	5.000	100.00
5	4.906	98.11
Promedio =		99.37

Tabla 71. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
C.V. ≤	3.0%	C.V. =	0.98%

Tabla 72. *Intervalo de Confianza, Exactitud*

INTERVALO DE CONFIANZA PARA EXACTITUD		
97.95	≤	99.24 ≤ 100.52

Se cumple con los criterios para Exactitud

**CADMIO****Reproducibilidad.****Tabla 73. Reproducibilidad para Cd (% de recobro)**

	ANALISTA	
	1	2
DIA 1	100.00	100.00
	100.00	100.00
	100.52	99,47
DIA 2	100,44	100.00
	100.00	98,65
	100,44	100.00

Tabla 74. Criterio de Aceptación y Valor experimental

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
C.V. ≤	3.0 %	C.V. =	0,49 %

Como el C.V. es menor al 3 % cumple con el criterio para métodos Espectrofotométricos.

Prueba Estadística para Reproducibilidad

Modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$

Tabla 75. *Resultados del Análisis de Varianza*

FUENTE DE VAR.	G. L.	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL	F TAB
ANALISTA	1	0.898	0.898	13.125	18.513
DÍA	2	0.136	0.068	0.321	4.46
ERROR	8	1.702	0.212		

Tabla 76. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
Efecto del Analista		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	18.51 \geq	13.12
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Efecto del Día		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	4.46 \geq	0.321
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Interpretación de resultados:

Como F_{tablas} es mayor que $F_{calculada}$ el método analítico es reproducible por los analistas y no existe efecto del día.



COBALTO

*Reproducibilidad*Tabla 77. *Reproducibilidad para Co (% de recobro)*

	ANALISTA	
	1	2
DIA 1	100.00	98.03
	100.00	98.03
	98.03	100.00
DIA 2	100.00	98.03
	98.03	100.00
	98.03	100.00

Tabla 78. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales.*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V.= 3.0 %	C.V. = 1.0 %

Como el C.V. es menor al 3 % cumple con el criterio para métodos Espectrofotométricos

Prueba estadística para Reproducibilidad

Modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$



Tabla 79. Resultados del Análisis de Varianza

FUENTE DE VAR.	G. L.	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL.	FTAB
ANALISTA	1	0.000	0.000	0.000	18.513
DÍA	2	1.281	0.640	0.500	4.46
ERROR	8	10.252	1.281		

Tabla 80. Criterio de Aceptación y Valores Experimentales

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
Efecto del Analista		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	18.513 \geq	0.0
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Efecto del Día		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	4.46 \geq	0.5
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Interpretación de los resultados:

Como F_{tablas} es mayor que $F_{calculada}$ el método analítico es reproducible por los analistas y no existe efecto del día.

**CROMO****Reproducibilidad**Tabla 81. *Reproducibilidad para Cr (% de recobro)*

	ANALISTA	
	1	2
DIA 1	100.00	100.00
	100.00	100.00
	100.00	100.00
DIA 2	100.00	100.00
	100.00	100.00
	100.00	100.00

Tabla 82. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. = 3.0 %	C.V. = 0.0 %

Como el C.V. es menor al 3 % cumple con el criterio para métodos Espectrofotométricos

Prueba estadística para Reproducibilidad

Modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$

Tabla 83. *Resultados del Análisis de Varianza*

FUENTE DE VAR.	G. L.	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL	F TAB
ANALISTA	1	0.00	0.00	0.00	18.513
DÍA	2	0.00	0.00	0.00	4.46
ERROR	8	0.00	0.00		

Tabla 84. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
Efecto del Analista		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	18.513	\geq 0.00
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Efecto del Día		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	4.46	\geq 0.00
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		

Interpretación de los resultados:

Como F_{tablas} es mayor que $F_{calculada}$ el método analítico es reproducible por los analistas y no existe efecto del día.

**NÍQUEL****Reproducibilidad**Tabla 85. *Reproducibilidad para Ni (% de recobro)*

	ANALISTA	
	1	2
DIA 1	97.36	102.63
	100.00	100.00
	100.00	100.00
DIA 2	97.29	97.29
	100.00	102.70
	100.00	100.00

Tabla 86. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACETACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V.= 3.0 %	C.V. = 1.79 %

Como el C.V. es menor al 3 % cumple con el criterio para métodos Espectrofotometricos

Prueba estadística para Reproducibilidad

Modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$

Tabla 87. *Resultados del Análisis de Varianza*

FUENTE DE VAR.	G. L.	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL.	F TAB
ANALISTA	1	5.287	5.287	9.156	18.513
DÍA	2	1.155	0.577	0.160	4.46
ERROR	8	28.712	3.589		

Tabla 88. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
Efecto del Analista		F tablas	F calculada
Si $F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta	18.513	\geq 9.15
Si $F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza		
Efecto del Día		F tablas	F calculada
$F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta		
$F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza	4.46	\leq 0.160

Interpretación de los resultados

Como F_{tablas} es mayor que $F_{calculada}$ el método analítico es reproducible por los analistas y no existe efecto del día.

**PLOMO****Reproducibilidad**Tabla 89. *Reproducibilidad para Pb (% de recobro)*

	ANALISTA	
	1	2
DIA 1	100.00	98.88
	98.88	100.00
	101.11	97.77
DIA 2	100.00	100.00
	100.00	100.00
	100.00	100.00

Tabla 90. *Criterio de Aceptación y Valores Experimentales*

CRITERIO DE ACEPTACIÓN	VALOR EXPERIMENTAL
C.V. ≤ 3.0 %	C.V. = 0.83 %

Como el C.V. es menor al 3 % cumple con el criterio para métodos Espectrofotometricos

Prueba estadística para Reproducibilidad

Modelo:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$



Tabla 91. Resultados del Análisis de Varianza

FUENTE DE VAR.	G. L.	SUMA DE CUADRADOS	MEDIA DE CUADRADOS	F CAL	F TAB
ANALISTA	1	0.925	0.925	1.000	18.513
DÍA	2	1.851	0.925	1.5	4.46
ERROR	8	4.393	0.617		

Tabla 92. Criterio de Aceptación y Valores Experimentales

CRITERIO DE ACEPTACIÓN		VALOR EXPERIMENTAL	
Efecto del Analista		F tablas	F calculada
$F_{tab} \geq F_{cal}$	Ho: se acepta		
$F_{tab} \leq F_{cal}$	Ho: se rechaza	18.513 \geq	1.0
Efecto del Día		F tablas	F calculada
$F_{tab} > F_{cal}$	Ho: se acepta		
$F_{tab} < F_{cal}$	Ho: se rechaza	4.46 \geq	1.5

Interpretación de los resultados

Como F_{tablas} es mayor que $F_{calculada}$ el método analítico es reproducible por los analistas y no existe efecto del día.



CADMIO

*Estabilidad de la muestra.*Tabla 93. *% Recobro de Cadmio a temperatura ambiente y refrigeración.*

INICIO	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
	24 H	48 H	24 H	48 H
100.00	100.00	96.41	100.00	100.00
100.00	100.52	99.55	99.47	100.00
99.48	100.52	96.86	100.00	99.55

Tabla 94. *Valores obtenidos de la media del Factor I, a diferentes condiciones ambientales*

TIEMPO	FACTOR I	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	100.34	99.82
48 H	97.60	99.85

Tabla 95. *Intervalo de Confianza de Cadmio diferentes condiciones ambientales.*

TIEMPO	INTERVALO DE CONFIANZA	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	-0.05 a 1.09	-1.06 a 1.06
48 H	-4.71 a 0.27	-1.02 a 1.07

La muestra es estable a condiciones ambientales y en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero. Además como la media del Factor I para la temperatura ambiente y refrigeración se encuentra entre 97 - 103 %, la muestra es estable a estas condiciones.



COBALTO

Estabilidad de la muestra.

Tabla 96. % Recobro de Cobalto a temperatura ambiente y refrigeración.

INICIAL	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
	24 H	48 H	24 H	48 H
100	97.91	100.00	97.91	100.00
100	100.00	102.22	102.32	100.00
100	101.58	100.00	103.17	100.00

Tabla 97. Valores obtenidos de la media del Factor I, a diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	FACTOR I	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	99.83	101.13
48 H	100.74	100.00

Tabla 98. Intervalo de Confianza de cobalto a diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	INTERVALO DE CONFIANZA	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	-2.64 a 2.31	-2.66 a 4.94
48 H	-0.98 a 2.47	0.0 a 0.0

La muestra es estable a temperatura ambiente y en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero. Además como las medias del Factor I para la temperatura ambiente y refrigeración se encuentran entre 97-103 %, la muestra es estable a estas condiciones.



CROMO

*Estabilidad de la muestra*Tabla 99. *% Recobro de Cromo a temperatura ambiente y refrigeración.*

INICIAL	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
	24 H	48 H	24 H	48 H
100	100.00	112.50	100.00	100.00
100	100.00	112.50	100.00	100.00
100	100.00	112.50	100.00	100.00

Tabla 100. *Valores obtenidos de la media del Factor I, a diferentes condiciones ambientales*

TIEMPO	FACTOR I	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	100.00	100.00
48 H	112.50	100.00

Tabla 101. *Intervalo de Confianza de Cromo, a diferentes condiciones ambientales.*

TIEMPO	INTERVALO DE CONFIANZA			
	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
24 H	0.00	0.00	0.00	0.00
48 H	12.5	12.50	0.00	0.00

La muestra es estable en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero y la media del Factor I se encuentra entre 97 y 103 %.

En cambio a temperatura ambiente solo es estable por 24 horas ya que por 48 horas el intervalo de confianza y el Factor I no cumple con especificaciones, es decir no incluye el valor cero en el intervalo de confianza y la media del Factor I esta fuera del intervalo de 97 - 103 % (112.5 %)

**NÍQUEL***Estabilidad de la muestra*

Tabla 102. % Recobro de Niquel a temperatura ambiente y refrigeración.

INICIAL	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
	24 H	48 H	24 H	48 H
100.00	100.00	110.00	100.00	100.00
100.00	103.12	106.89	103.12	100.00
101.63	98.33	94.73	100.00	100.00

Tabla 103. Valores obtenidos de la media del Factor I, a diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	FACTOR I	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	100.48	101.04
48 H	103.87	100.00

Tabla 104. Intervalo de Confianza de Niquel, diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	INTERVALO DE CONFIANZA	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	-3.57 a 3.45	-3.46 a 4.45
48 H	-7.98 a 14.64	-3.67 a 2.57

La muestra es estable en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero y la media del Factor I se encuentra entre 97 y 103 %.

En cambio a temperatura ambiente solo es estable por 24 horas ya que por 48 horas a pesar de que en el intervalo de confianza incluye el valor cero, la media del Factor I esta fuera del rango indicado (97-103 %)

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

**PLOMO***Estabilidad de la muestra.*

Tabla 105. % Recobro de Plomo a temperatura ambiente y refrigeración.

INICIAL	TEMPERATURA AMBIENTE		REFRIGERACION	
	24 H	48 H	24 H	48 H
100.00	103.70	106.66	103.70	100.00
100.00	109.09	107.24	100.00	100.00
100.00	100.74	107.24	99.25	100.00

Tabla 106. Valores obtenidos de la media del Factor I, a diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	FACTOR I	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	104.51	100.98
48 H	107.05	100.00

Tabla 107. Intervalo de Confianza de Plomo, a diferentes condiciones ambientales.

TIEMPO	INTERVALO DE CONFIANZA	
	TEMPERATURA AMBIENTE	REFRIGERACION
24 H	-1.19 a 10.21	-2.22 a 4.19
48 H	6.60 a 7.50	0.0

La muestra es estable en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero y la media del Factor I se encuentra entre 97 y 103 %.

En cambio a temperatura ambiente la muestra no es estable a 24 ni a 48 horas pues el intervalo de confianza y el Factor I no cumplen con especificaciones, es decir no incluye el valor cero en el intervalo de confianza y la media del Factor I esta fuera del intervalo de 97 - 103 %.


RESUMEN DE RESULTADOS.

 Tabla 108. *Resumen de resultados obtenidos mediante las pruebas de desempeño.*

LINEALIDAD DEL SISTEMA						
CRITERIO DE ACEPTACIÓN		DATOS EXPERIMENTALES				
		CADMIO	COBALTO	CROMO	NÍQUEL	PLOMO
$r \geq$	0.99	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999
$r^2 \geq$	0.98	0.999	0.999	0.999	0.999	0.999
C.V. \leq	1.50 %	1.30%	0.81%	0.48%	1.50 %	0.39%
L. D.	$\mu\text{g/mL}$	0.007	0.028	1.128	0.028	0.029
L. C.	$\mu\text{g/mL}$	0.014	0.057	2.25	0.057	0.059
PRECISIÓN DEL SISTEMA						
C.V. \leq	1.50 %	0.56%	1.10%	0.00%	1.12%	0.71%
LINEALIDAD DEL MÉTODO						
$m \approx$	1	0.989	0.986	0.983	0.985	0.985
$b \approx$	0	0.03	0.02	0.07	0.04	0.02
$r \geq$	0.99	0.999	0.999	0.999	0.998	0.999
$r^2 \geq$	0.98	0.990	0.999	0.998	0.997	0.999
C.V. \leq	3.0%	1.04%	0.08%	0.84%	1.21%	0.79%
EXACTITUD Y REPETIBILIDAD						
Recobro promedio	97-103%	100.00	100.39	100.00	101.11	99.37
C.V. \leq	3.0 %	0.329	0.968	0.000	1.702	0.980
REPRODUCIBILIDAD						
Recobro promedio	97-103%	99.96	99.01	100.00	99.77	99.72
C.V. \leq	3.0 %	0.49%	1.03%	0.00%	1.79%	0.83%

 Tabla 109. *Comparación de resultados del por ciento de recobro promedio descrito en el procedimiento 052 y los datos experimentales.*

METAL	PROCEDIMIENTO 052			DATOS EXPERIMENTALES		
	%PROMEDIO RECUPERADO	DESVIACIÓN ESTANDAR	COEFICIENTE DE VARIACIÓN	%PROMEDIO RECUPERADO	DESVIACIÓN ESTANDAR	COEFICIENTE DE VARIACIÓN
Cadmio	100.80	9.900	9.80	99.99	0.329	0.329
Cobalto	97.60	13.900	14.20	100.39	0.972	0.968
Cromo	96.60	10.800	11.18	100.00	0.000	0.000
Níquel	98.60	10.800	10.40	101.11	1.721	1.702
Plomo	98.70	12.200	12.30	99.37	0.974	0.980



VII. ANÁLISIS DE RESULTADOS.

El laboratorio de prueba tiene como objetivo realizar análisis de contaminantes químicos aplicando el procedimiento 052 de la Norma Oficial Mexicana NOM-010-STPS-1999, con el fin de asegurar que el método empleado es realizado por el laboratorio de manera confiable por medio de las pruebas de desempeño las cuales son un medio de control de calidad para demostrar que el método analítico empleado en la determinación del analito es exacto, preciso y que se puede emplear como un procedimiento de rutina.

Antes de iniciar las pruebas de desempeño se llevaron a cabo diferentes pruebas con soluciones estándar, con la finalidad de establecer las condiciones de trabajo entre las que se incluyen: el rango de concentración, apertura del slit y la altura del quemador.

Se determino también el Límite de Detección y Cuantificación para establecer la concentración mínima con la que se obtienen resultados confiables; obteniendo que la concentración mínima que cuantifica el instrumento VARIAN-AA-1475 con precisión y exactitud para Cadmio, Cobalto, Cromo, Níquel y Plomo son: 0.014, 0.057, 2.25, 0.057 y 0.059 $\mu\text{g/mL}$ respectivamente.

Con los resultados obtenidos se determino que el sistema es lineal y preciso para la cuantificación de Cadmio, Cobalto y Níquel en un rango de concentración de 0.5 a 5 $\mu\text{g/mL}$; para Cromo en un rango de concentración de 2 a 12 $\mu\text{g/mL}$ y Plomo en un rango de 0.5 a 10 $\mu\text{g/mL}$, utilizando las condiciones establecidas en el diseño experimental.

Una vez establecidas las condiciones de trabajo y la evaluación del sistema se realizaron las pruebas de desempeño del método, demostrando que es lineal, exacto y reproducible de acuerdo a los resultados obtenidos (tabla 108), ya que se obtuvo un coeficiente de variación para la linealidad del método menor al 3% para todos los metales, con esto se demuestra que los resultados analíticos son proporcionales a la concentración de la sustancia dentro del intervalo ya señalado.



Para Exactitud y Repetibilidad el coeficiente de variación fue menor del 3% al igual que para la reproducibilidad del método, con lo cual se determina que el método analítico tiene concordancia entre el valor obtenido experimentalmente y el valor de referencia ya que se obtiene un por ciento de recobro entre el 99-101 %, además también se demuestra que existe concordancia entre los valores obtenidos cuando se trabaja bajo las mismas condiciones.

En cuanto a la Reproducibilidad se observa que existe concordancia entre determinaciones realizadas bajo condiciones de trabajo diferentes, es decir diferentes analistas y diferentes días, obteniendo un coeficiente de variación menor al 3% y, por medio del análisis de ANDEVA se determino que no existe efecto del día y del analista, ni interacción de estos en el análisis por lo cual, el método puede ser reproducible con diferentes analistas y en diferentes días.

También se evaluó la estabilidad de la muestra y se determinó que es estable para Cadmio y Cobalto a temperatura ambiente y en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los resultados se encuentran dentro del criterio de aceptación, Cromo y Níquel son estables por 24 y 48 horas en refrigeración, a temperatura ambiente sólo por 24 horas, obteniendo intervalos de confianza que incluyen al valor cero y la media del factor I dentro del rango especificado (97- 100%), en cambio a temperatura ambiente por 48 horas la muestra no es estable debido a que el por ciento de recobro para Cromo es mayor al 100 por ciento por lo que no se considera confiable a estas condiciones. Mientras que para Níquel no hay concordancia entre las determinaciones obteniendo un Factor I mayor al establecido, aunque el intervalo de Confianza cumple con especificaciones no es confiable porque el por ciento de recobro es variable, indicando que a estas condiciones el análisis de Níquel no es adecuado.

En cuanto a Plomo la muestra es estable en refrigeración por 24 y 48 horas, ya que los intervalos de confianza incluyen al valor cero y la media del Factor I se encuentra entre 97 y 103 %.

En cambio a temperatura ambiente la muestra no es estable a 24 ni a 48 horas pues el intervalo de confianza y el Factor I no cumplen con especificaciones, es decir no incluye el valor cero en el intervalo de confianza y la media del Factor I esta fuera del intervalo de 97 - 103 %.



Al comparar los resultados del por ciento de recobro promedio obtenido experimentalmente con los resultados reportados en el Procedimiento 052 (Tabla 109.) se observa que el coeficiente de variación es menor además el por ciento de recobro es mayor esto indica que el método es confiable y se garantiza que el análisis de metales en filtros de aire es representativo.



VIII. CONCLUSIONES

- Mediante las Pruebas de Desempeño y de acuerdo al procedimiento 052 de la NOM-010-STPS-1999 para la cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb en filtros de aire por Absorción Atómica se demostró que el método es seguro, confiable, preciso y exacto por lo que puede ser empleado como procedimiento de rutina.
- Se obtuvieron resultados con un coeficiente de variación menor al del procedimiento 052 y menor al 3% especificado para métodos espectrofotométricos de esta manera se comprueba que las actividades realizadas en el laboratorio de prueba son confiables.
- Se cumple satisfactoriamente con las pruebas de desempeño, ya que los parámetros evaluados demostraron que el método es lineal, exacto, preciso, estable y reproducible, además asegura que la determinación y cuantificación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb se realiza con eficiencia durante el funcionamiento del laboratorio por lo que se puede estandarizar el procedimiento analítico para ser evaluado por la dependencia EMA encargada de vigilar que se cumpla con el reglamento y lineamientos de la norma establecida para la acreditación del Laboratorio.



BIBLIOGRAFIA.

Aguilar E. Fundamento legal para la emisión de Normas Oficiales Mexicanas en materia de seguridad e higiene en el trabajo. Condiciones de trabajo. 1992; XX: 14-15.

Berder G. Métodos instrumentales de análisis en química clínica. España: Editorial Acribia S.A., 1992: 110, 111, 115 - 127.

Bermejo M. F. Química analítica general, cuantitativa e instrumental. 6ta. ed. España: Editorial Prainfo S.A., 1990: vol 2: 1286 - 1298.

Bonnet C. Toxicology and biological monitoring of metals in humans. USA: Edition Lewis Publishers inc., 1986: 51, 52, 68 - 70, 75 - 79, 128 - 130, 162 y 163.

Budavari S. The merck index an encyclopedic of chemical, drugs, and biologicals. USA. : Published by Merck Research Laboratories. 1996 : 144, 222, 249, 611 y 682.

Carleton F. Agalloco J. Validation of Aseptic Pharmaceutical Processes. 2ª Ed. USA.: Marcel Dekker, 1999: 17 - 25.

Colegio Nacional de Químicos Farmacéuticos Biólogos. Validación de métodos analíticos. México: Editorial Rhone Poulenc Pharma de México, 1991: 1 - 76.

Comité Técnico ISO/TC 176. Administración de la calidad y elementos del sistema de calidad (ISO 9004). Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas. 1994, 24: 29-38.



Comité Técnico ISO/TC 176. Administración de la calidad y normas del aseguramiento de la calidad. Principios para uso y selección (ISO - 9000). Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas. 1994; 24: 33-37.

Comité Técnico ISO/TC 176. Sistema de calidad. Modelo para aseguramiento de la calidad en diseño, desarrollo, producción, instalación y servicio (ISO 9001). Revista Mexicana de Ciencias Farmacéuticas. 1994; 4: 22-23.

Córdova A. Riesgos y condiciones para la salud de los trabajadores mexicanos. Ciencia y Desarrollo. 1996; 66: 53 – 58.

Gary D. CH. Química analítica. 2da Ed. México: Editorial Limusa, 1991: 498 - 513.

Goodman & Gilman's. The pharmacological basis of therapeutics. Ninth Ed. New York: Mc Graw Hill, 1996: 1755 – 1777.

<http://www.stps.gob.mx>.

Joseph Ludou M. Medicina Laboral. México: Editorial El Manual moderno, 1993: 383 – 409.

Lozada I. Los factores psicosociales en el ambiente de trabajo y su legislación. Condiciones de trabajo. 1992; 20: 18 – 21.

Lual. Modelos estadísticos y validación de métodos analíticos. Pharma News. 1993; 4: 32 – 43, 24 –25, 16 – 19 y 26 – 28.



National center for drugs and biologics and national center for devices and radiological health. Guideline on general principles of process validation. Rockville, MD, FDA, May 15, 1987.

NOM -010- STPS- 1999, Condiciones de seguridad e higiene en los centros de trabajo donde se manejen, transporten, procesen o almacene sustancias químicas capaces de generar contaminación en el medio ambiente laboral.

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM – 117- SSA1- 1994, bienes y servicios. método de prueba para la determinación de cadmio, arsénico, plomo, estaño, cobre, zinc y mercurio en los alimentos, agua potable y agua purificada por espectrofotometría de absorción atómica.

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM - 059- SSA1- 1993, Buenas Prácticas de Fabricación para establecimientos de la Industria Farmacéutica, dedicados a la fabricación de medicamentos.

Octavio P. La contaminación. Ciencia y desarrollo. 1993; 19: 54 – 60.

Pardave R. Lo fácil y lo difícil de implantar un sistema de calidad. Pharma News 1993; 4: 49 – 57.

Reglamento de Insumos para la Salud. Establecimientos destinados al proceso de insumos. Procedimientos normalizados de operación. Diario Oficial de la Federación, Miércoles 4 de febrero de 1998.

Riveros H. Contaminación atmosférica. Ciencia y desarrollo. 1994; 19: 38 – 51.

Secretaría del Trabajo y Prevención Social. Conoce tu Secretaría origen, misión y estructura. 2da. ed. México: STPS, 1999: 9 – 48.



Secretaría del Trabajo y Previsión Social. Las repercusiones de la contaminación del medio ambiente de trabajo sobre la salud de los trabajadores. Condiciones de trabajo. 1992; XVII: 6 – 11.

Skoog D., Donald M. Fundamentos de química analítica. 2da. ed. Madrid: Editorial Reverte 1992: 113 - 120, 700 - 705.

Skoog D., West D. Fundamentos de química analítica. 4ta ed. España: Editorial Reverte, 1997: 614 - 638.

Souza V. Bucio O. El cadmio: mecanismos básicos de toxicidad. Ciencia y Desarrollo. 1996; XXII: 39 – 45.

Vega G. S. Contaminación toxicológica causada por agentes químicos ambientales. México: Editorial Noruega Limusa, 1990: 87 – 93.

Waldemer F. Toxicología prospectiva y seguridad química. México: Editorial ECO, 1992: 23 - 25.

Walter L. Elaboración de un manual de calidad. Pharma News. 1993; 4: 22-23.

Willard H., Merritt L. Métodos instrumentales de análisis. 2da. ed. México: Grupo Editorial Iberoamerica, 1991: 236 - 245.



ANEXO A



I. Diseño estadístico.

1. VALIDACIÓN DEL SISTEMA.

1.1. LINEALIDAD DEL SISTEMA.

Criterio de aceptación:

$$CV \leq 1.5\%$$

$$r \geq 0,99$$

$$r^2 \geq 0,98$$

1.1.1.- Tabular los resultados con base al siguiente formato:

Concentración de la solución patrón (x)	Propiedad medida (y)
x_1	$y_{11}, y_{12}, \dots, y_{1n}$
x_2	$y_{21}, y_{22}, \dots, y_{2n}$
.	.
.	.
.	.
x_t	$y_{t1}, y_{t2}, \dots, y_{tn}$

t = número de diluciones.

n = número de replicas.

1.1.2.- Cálculos preliminares para coeficiente de correlación y coeficiente de determinación.

$$\Sigma x = n (x_1 + x_2 + \dots + x_t)$$

$$\Sigma y = y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n} + y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n} + \dots + y_{t1} + y_{t2} + \dots + y_{tn}$$



$$\Sigma x^2 = n \{ (x_1)^2 + (x_2)^2 + \dots + (x_i)^2 \}$$

$$\Sigma y^2 = y_{11}^2 + y_{12}^2 + \dots + y_{1n}^2 + y_{21}^2 + y_{22}^2 + \dots + y_{2n}^2 + \dots + y_{i1}^2 + y_{i2}^2 + \dots + y_{in}^2$$

$$\Sigma xy = x_1 (y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n}) + x_2 (y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n}) + \dots + x_i (y_{i1} + y_{i2} + \dots + y_{in})$$

1.1.3.- Cálculos finales para el coeficiente de correlación (r) y coeficiente de determinación (r^2).

$$r = \left[\frac{\{nt(\Sigma xy) - (\Sigma x)(\Sigma y)\}^2}{\{nt(\Sigma x^2) - (\Sigma x)^2\} \{nt(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2\}} \right]^{1/2}$$

$$r^2 = \frac{\{nt(\Sigma xy) - (\Sigma x)(\Sigma y)\}^2}{\{nt(\Sigma x^2) - (\Sigma x)^2\} \{nt(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2\}}$$

3.- Cálculos preliminares, para el coeficiente de variación.

3.1.- Calcular el siguiente factor para cada punto de la linealidad del sistema:

$$F = \frac{\text{Propiedad medida } (y)}{\text{Con. de la solución patrón } (x)}$$

$$F_{11} = y_{11} / x_1$$

$$F_{12} = y_{12} / x_1$$

$$F_{1n} = y_{1n} / x_1$$

$$F_{i1} = y_{i1} / x_i$$

$$F_{i2} = y_{i2} / x_i$$

$$F_{in} = y_{in} / x_i$$



3.2.- Calcular la suma de factores, la suma de cuadrados de factores y la media del factor.

$$\Sigma F = F_{11} + F_{12} + F_{1n} + \dots + F_{21} + F_{22} + F_{2n}$$

$$\Sigma F^2 = F^2_{11} + F^2_{12} + F^2_{1n} + \dots + F^2_{21} + F^2_{22} + F^2_{2n}$$

$$F = \Sigma F / N$$

Donde : N es el número de puntos de la linealidad del sistema

3.3.- Cálculos finales para el coeficiente de Variación (C.V.).

$$\text{Desviación estándar (DE)} = \left[\frac{N(\Sigma F^2) - (\Sigma F)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

$$\text{C.V.} = (DE / F) * 100$$

B. Precisión del sistema.

Criterio de aceptación:

$$\text{C.V.} \leq 1.5 \%$$

1.- Tabular los resultados.

$$Y_1, Y_2, Y_3, \dots, Y_N$$

2.- Cálculos preliminares.

$$\Sigma y = y_1 + y_2 + y_3 + \dots + y_n$$

$$\Sigma y^2 = y^2_1 + y^2_2 + y^2_3 + \dots + y^2_n$$



$$y = \Sigma y / N$$

2.1.- Cálculos finales.

$$\text{Desviación Estándar (DE)} = \left[\frac{N(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

$$\text{Coeficiente de Variación: C.V.} = (DE / y) * 100$$

C. Límite de detección y cuantificación.

Una vez obtenido los resultados se realizan los siguientes cálculos:

Los cálculos son independientes para cada concentración.

1. calcular la media y la desviación estándar.

2. Límite de detección (L.D.):

$$\text{L.D.} = \frac{(\text{Concentración del estándar}) \times 3 (\text{Desviación estándar})}{\text{media}}$$

3. Límite de cuantificación (L.C.):

$$\text{L.C.} = \frac{(\text{Concentración del estándar}) \times 6 (\text{Desviación estándar})}{\text{media}}$$

4. Cálculos finales.

L.D. = Es la media de los resultados obtenidos de las dos concentraciones.

$$\text{L.D} = \text{L.D}_{C1} + \text{L.D}_{C2} / 2$$

$$\text{L.C}_6 = \text{L.C}_{C1} + \text{L.D}_{C2} / 2$$



II. VALIDACIÓN DEL MÉTODO

A. Linealidad del método.

Criterio de aceptación: Cantidad adicionada contra cantidad recuperada.

$$m \approx 1$$

$$r^2 \geq 0,98$$

Por ciento de recobro: 97 - 103%

$$b \approx 0$$

$$\text{C.V.} \leq 3\%$$

1.- Graficar cantidad adicionada vs cantidad recuperada.

Tabular los resultados con base al siguiente formato:

Cantidad adicionada (x)	Cantidad recuperada (y)
$x_{11}, x_{12}, \dots, x_{1n}$	$y_{11}, y_{12}, \dots, y_{1n}$
$x_{21}, x_{22}, \dots, x_{2n}$	$y_{21}, y_{22}, \dots, y_{2n}$
.	.
.	.
$x_{t1}, x_{t2}, \dots, x_{tn}$	$y_{t1}, y_{t2}, \dots, y_{tn}$

t = número de cantidades adicionadas

n = número replicas (cantidad recuperada) por cada cantidad adicionada.

Para proceder a los siguientes cálculos, es necesario que el número de cantidades recuperadas (replicaciones) de cada cantidad adicionada, sean equivalentes.

2.- Cálculos preliminares.

$$\Sigma x = x_{11} + x_{12} + \dots + x_{1n} + x_{21} + x_{22} + \dots + x_{2n} + \dots + x_{t1} + x_{t2} + \dots + x_{tn}$$

$$\Sigma y = y_{11} + y_{12} + \dots + y_{1n} + y_{21} + y_{22} + \dots + y_{2n} + \dots + y_{t1} + y_{t2} + \dots + y_{tn}$$



$$\Sigma x^2 = x_{11}^2 + x_{12}^2 + \dots + x_{1n}^2 + x_{21}^2 + x_{22}^2 + \dots + x_{2n}^2 + \dots + x_{11}^2 + x_{12}^2 + \dots + x_{1n}^2$$

$$\Sigma y^2 = y_{11}^2 + y_{12}^2 + \dots + y_{1n}^2 + y_{21}^2 + y_{22}^2 + \dots + y_{2n}^2 + \dots + y_{11}^2 + y_{12}^2 + \dots + y_{1n}^2$$

$$\Sigma xy = x_{11} y_{11} + x_{12} y_{12} + \dots + x_{1n} y_{1n} + x_{21} y_{21} + x_{22} y_{22} + \dots + x_{2n} y_{2n} + \dots + x_{11} y_{11} + x_{12} y_{12} + \dots + x_{1n} y_{1n}$$

2.1.- Cálculos finales.

$$m = \frac{nt(\Sigma xy) - (\Sigma x)(\Sigma y)}{nt(\Sigma x^2) - (\Sigma x)^2} \quad b = \frac{\Sigma y - m(\Sigma x)}{nt}$$

$$r^2 = \frac{\{nt(\Sigma xy) - (\Sigma x)(\Sigma y)\}^2}{\{nt(\Sigma x^2) - (\Sigma x)^2\} \{nt(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2\}}$$

3. Por ciento recuperado.

Calcular el por ciento recuperado (R) para cada cantidad recuperada, con la siguiente ecuación:

$$R = (y / x) * 100$$

A. Tabular los resultados:

$$R_1, R_2, R_3, \dots, R_n$$

B. Cálculos preliminares:

$$\Sigma R = R_1 + R_2 + R_3 + \dots + R_n$$

$$R = (\Sigma R) / N$$

$$\Sigma R^2 = R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + \dots + R_n^2$$

$$\text{Desviación Estándar (DE)} = \left[\frac{N(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$



A. Cálculos finales.

Coeficiente de variación: $CV = (DE / R) * 100$

B. Exactitud y Repetibilidad al 100%

Criterio de aceptación:

<i>Criterio de aceptación para métodos químicos y espectrofotométricos</i>	
	Exactitud y Repetibilidad
Promedio de recobro en %	97-103 %
Coefficiente de Variación (C.V.)	≤ 3%

1. Tabular los resultados del por ciento recuperado (R); con base al siguiente formato:

$$R_1, R_2, R_3, \dots, R_N$$

2. Cálculos preliminares:

$$\Sigma R = R_1 + R_2 + R_3 + \dots + R_N$$

$$\Sigma R^2 = R_1^2 + R_2^2 + R_3^2 + \dots + R_N^2$$

$$R = (\Sigma R) / N$$

$$\text{Desviación Estándar (DE)} = \left[\frac{N(\Sigma Y^2) - (\Sigma Y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

2.1. Coeficiente de variación.

$$CV = (DE / R) * 100$$

**C. Precisión (Reproducibilidad).****Criterio de aceptación:**

Coefficiente de variación total debe cumplir con los siguientes criterios:

Método espectrofotométrico: $CV, \leq 3 \%$

1. Tabular los resultados con base en el siguiente formato:

ANALISTA		
DÍA	1	2
1	y111	Y211
	y112	Y212
	y113	Y213
2	y121	y221
	y122	y222
	y123	y223

2. Cálculos preliminares.

$$y \dots = y_{111} + y_{112} + y_{113} + y_{121} + y_{122} + y_{123} + y_{211} + y_{212} + y_{213} + y_{221} + y_{222} + y_{223}$$

$$\Sigma y^2 \dots = y^2_{111} + y^2_{112} + y^2_{113} + y^2_{121} + y^2_{122} + y^2_{123} + y^2_{211} + y^2_{212} + y^2_{213} + y^2_{221} + y^2_{222} + y^2_{223}$$

$$y = y \dots / N$$

$$\text{Desviación Estándar (DE)} = \left[\frac{N(\Sigma y^2) - (\Sigma y)^2}{N(N-1)} \right]^{1/2}$$

N = Número total de determinaciones (en este caso específico es N = 12).

2.1 Cálculos finales:

Coefficiente de variación, $CV. = (DE / y) * 100$

Si se requiere establecer las fuentes de variación del método (la cual no constituye un requisito mínimo dentro de la validación), consultar el siguiente inciso.

A. Para el caso particular del análisis de dos analistas en dos diferentes días y con tres replicaciones cada uno, se realiza el análisis de Varianza que se describe a continuación:

El modelo hipotético que representa este paso es el siguiente:

$$Y_{ijk} = \mu + \alpha_i + \delta_j(i) + \epsilon_k(ij)$$

Donde:

Y_{ijk} = El ensayo de la sustancia de interés de la k-ésima muestra analizada por el i-ésimo analista en el j-ésimo día.

μ = Media poblacional del ensayo de la sustancia de interés en la muestra.

α_i = Efecto del analista en el ensayo. (donde $i = 1 \dots a$)

$\delta_j(i)$ = Efecto del día anidado en el analista. (donde $j = 1 \dots d$)

$\epsilon_k(ij)$ = Error del método analítico. (donde $k = 1 \dots r$)

a = Número de analista.

Donde a = 2

d = Número de días.

Donde d = 2

r = Número de replicas

Donde r = 3

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN



I. Tabular los resultados de acuerdo al siguiente formato:

ANALISTA (i)

DÍA (j)	1	2
1	y111	Y211
	y112	Y212
	y113	Y213
2	y121	y221
	y122	y222
	y123	y223

2. Cálculos preliminares.

A. Calcular la suma de las combinaciones analista – día (Yij.):

$$y11. = y111 + y112 + y113$$

$$y12. = y121 + y122 + y123$$

$$y21. = y211 + y212 + y213$$

$$y22. = y221 + y222 + y223$$

TESIS CON
FALLA DE ORIGEN

B. Calcular la suma para cada analista (yi..):

$$y1.. = y111 + y112 + y113 + y121 + y122 + y123$$

$$y2.. = y211 + y212 + y213 + y221 + y222 + y223$$

C. Calcular la suma total (y...):

$$Y \dots = y1 \dots + y2 \dots$$



D. Calcular la suma del cuadrado de cada analista en cada día :

$$\Sigma\Sigma y^2_{ij} = (y_{11} \dots)^2 + (y_{12} \dots)^2 + (y_{21} \dots)^2 + (y_{22} \dots)^2$$

E. Calcular las sumas del cuadrado de cada analista en los dos días.

$$(\Sigma y_{i..})^2 = (y_{1..})^2 + (y_{2..})^2$$

F. Calcular la suma de cada dato elevado al cuadrado.

$$\Sigma\Sigma y^2_{ijk} = (y_{111})^2 + (y_{112})^2 + (y_{113})^2 + \dots + (y_{221})^2 + (y_{222})^2 + (y_{223})^2$$

G. Calcular la suma de cuadrados del analista (Sca), efecto del factor analista, con la siguiente fórmula:

$$SCa = \frac{\Sigma y_i^2 \dots}{dr} - \frac{y^2 \dots}{adr}$$

H. Calcular la suma de cuadrados del día anidado en el analista (scd), con la siguiente fórmula:

$$SCd = \frac{\Sigma\Sigma y_{ij}^2}{r} - \frac{\Sigma y_i \dots}{dr}$$

I. Calcular la suma de cuadrados del error (SCe), con la siguiente fórmula:

$$SCe = \Sigma\Sigma\Sigma y_{ijk}^2 - \frac{\Sigma\Sigma y_{ij}^2}{r}$$



2.2. Cálculos finales:

A. Con los datos anteriores construir la tabla de análisis de la Varianza (ANDEVA)

FUENTE DE VARIACIÓN	GRADOS DE LIBERTAD	SUMA DE CUADRADOS	DE MEDIA DE CUADRADOS	Fcal	F = 0,05*
Analista (a)	gla = a - 1	Sca	Mca = $\frac{SCa}{gla}$	Fa = $\frac{Mca}{MCd}$	Fgla / Fgld
Día (d)	gld = (d-1) a	SCd	MCd = $\frac{SCd}{gld}$	Fd = $\frac{MCd}{Mce}$	Fgld / Fgle
Error (e)	gle = (r - 1)ad	SCe	Mce = $\frac{SCe}{gle}$

$F = 0,05^*$ = Los valores de F 0,05 se obtienen de la tabla de F, localizando el cruce del valor de los grados de libertad (gl) del numerador horizontalmente y el valor de los grados de libertad del denominador verticalmente, para un $\alpha = 0,05$

Interpretación de resultados:

Si $Fa \leq Fgla, gld, 0,05$ El método analítico ES reproducible por los analistas.

Si $Fa \geq Fgla, gld, 0,05$ El método analítico No es reproducible por los analistas.

Si $Fd \leq Fgld, gle, 0,05$ El método analítico ES reproducible en distintos días por un mismo analista.

Si $Fd \geq Fgld, gle, 0,05$ El método analítico No es reproducible en distintos días por un mismo analista.

Si el método no es reproducible por los analistas y / o entre días para un mismo analista, la variación en el método analítico para estos se calcula con las siguientes ecuaciones:

$$\text{Variación inter-analista: } \pm \left[\frac{Mca - MCd}{rd} \right]^{1/2}$$



$$\text{Variación inter-días: } \pm \left[\frac{\text{Mcd} - \text{Mce}}{r} \right]^{1/2}$$

para analista

3. REPETIBILIDAD DEL METODO.

A. Calcular la repetibilidad del método, con la siguiente ecuación:

$$\text{Repetibilidad} = \pm (\text{Ce})^{1/2}$$

4. COEFICIENTE DE VARIACIÓN.

A. Calcular la media aritmética total, con la siguiente ecuación:

$$\bar{y} = \frac{y_1 + \dots + y_n}{n} \quad \text{donde } n = \text{adr}$$

B. Calcular la desviación estándar total, con la siguiente ecuación:

$$S = \pm \left[\frac{n \sum \sum y_{ijk}^2 - (\bar{y} \dots)^2}{n(n-1)} \right]^{1/2}$$

C. Calcular el coeficiente de variación total (CV), con base a la siguiente ecuación:

$$\text{CV} = \left(\frac{S}{\bar{y}} \right) * 100$$

D. Estabilidad de la muestra analítica.

Criterio de aceptación: La muestra es estable si el intervalo de confianza (IC) para diferencia de la media de la muestra con respecto a la media del análisis inicial incluye el valor de cero y/o la magnitud del efecto no exceda el porcentaje.

Químicos y espectrofotométricos $\pm 3\%$



1. Tabular los resultados con base al siguiente formato y calcular los resultados indicados:

	Condición/Tiempo		
	1	2	m
Y1	y4	y7	y_{n-2}
Y2	y5	y8	y_{n-1}
Y3	y6	y9	y_n

2. Cálculos preliminares para el intervalo de confianza:

$$\text{MEDIA: } \bar{Y}_0 \quad \bar{Y}_1 \quad \bar{Y}_2 \quad \bar{Y}_m$$

$$\text{VARIANZA: } S_0 \quad S_1 \quad S_2 \quad S_m$$

VARIANZA PONDERADA:

$$Sp^2_1 = \frac{2S_0^2 + 2S_1^2}{2(C*1)} \quad Sp^2_2 = \frac{2S_0^2 + 2S_2^2}{2(C*1)}$$

$$Sp^2_m = \frac{2S_0^2 + 2S_m^2}{2(C*1)}$$

2.1 Cálculos finales para el intervalo de confianza:

Para cada condición X tiempo:

$$IC = (\bar{Y}_1 - \bar{Y}_0) \pm t^* \times \sqrt{Sp_1^2 (2/3)}$$

t^* = valor de la t de Dunnett con c comparaciones y $2(c*1)$ grados de libertad y probabilidad acumulada de 0975.

**3. Cálculos preliminares para el coeficiente de variación:**

Para cada condición / tiempo / muestra calcular el factor (I) con la siguiente fórmula:

$$I = \frac{(\text{análisis muestra / condición / tiempo})}{(\text{análisis inicial})} * 100$$

$$I_1 = Y_4 / Y_1 * 100$$

$$I_6 = Y_9 / Y_3 * 100$$

$$I_2 = Y_5 / Y_2 * 100$$

$$I_7 = Y_{n-2} / Y_1 * 100$$

$$I_3 = Y_6 / Y_3 * 100$$

$$I_8 = Y_{n-1} / Y_2 * 100$$

$$I_4 = Y_7 / Y_1 * 100$$

$$I_9 = Y_n / Y_3 * 100$$

$$I_5 = Y_8 / Y_2 * 100$$

Para cada condición / tiempo calcular la media del factor (I) con la siguiente fórmula:

$$\bar{I} = \Sigma I (\text{condición / tiempo}) / N$$

Donde: N = número de muestras por cada condición / tiempo

$$I_1 = \frac{I_1 + I_2 + I_3}{3}$$

$$I_2 = \frac{I_4 + I_5 + I_6}{3}$$

$$I_3 = \frac{I_7 + I_8 + I_9}{3}$$

Criterio de aceptación:

La media del factor (I) para cada condición / tiempo deberá cumplir con el siguiente criterio:

Método	Valor de \bar{I}
Químicos y	
Espectrofotométrico	97 - 103 %



ANEXO B



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD			PAGINA: 1 DE 20
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA		FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TITULO:	PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		REVISIÓN: 0
<p>I. OBJETIVO. Este procedimiento establece el método de espectrofotometría de absorción atómica, para la determinación de Cd, Co, Cr, Ni y Pb en aire, basado en el procedimiento 052.</p> <p>II. ALCANCE. El presente procedimiento es aplicable en muestras de aire ambiental. La técnica de espectrofotometría se aplica para las concentraciones de Cd, Ni y Co inferiores de 5 µg/mL; para Pb es aplicable para concentraciones inferiores de 10 µg/mL y para Cr es aplicable para concentraciones menores de 12 µg/mL. Para concentraciones mayores, deberán realizarse las diluciones correspondientes.</p> <p>III. RESPONSABILIDAD. Es responsabilidad del analista encargado de la cuantificación de la muestra, aplicar correctamente este procedimiento. Es responsabilidad del jefe del laboratorio, verificar la correcta ejecución del método analítico y la aplicación del procedimiento.</p> <p>IV. INTRODUCCIÓN:</p> <p>Las pruebas de desempeño se realizan con el propósito de reducir el riesgo de error inherente y tener resultados precisos y exactos de cualquier método analítico que se evalué. Los procedimientos normalizados de operación son elementos necesarios para llevar acabo de manera reproducible una operación (Diario Oficial 1998, Pardave 1993; Comité 1994).</p>			
ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
_____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	_____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA:
2 DE 10

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL PNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

FECHA DE EMISIÓN:
14-AGOSTO-2001

TÍTULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

REVISIÓN:
0

**V. PROCEDIMIENTO 052: DETERMINACIÓN DE METALES- MÉTODO DE
ESPECTROFOTOMETRÍA DE ABSORCIÓN ATÓMICA.**

1.- Principio del método

1.1 La espectrofotometría de Absorción Atómica (E. A. A.): Es un estudio del espectro de la luz a partir de los campos inducidos por las partículas subatómicas, es decir al momento del desprendimiento de un haz de luz se llega a la descomposición de la misma por la acción de la refracción de campos de energía (fotones).

1.2 Este procedimiento describe un método general para la recolección, disolución y determinación de las trazas de metales en el aire del medio ambiente laboral. Las muestras se recolectan en filtros de membrana y se tratan con ácido nítrico para quemar la matriz orgánica y para disolver los metales presentes en la muestra. El análisis se realiza subsecuentemente por Espectrofotometría de Absorción Atómica (EAA).

ELABORO:

ELIZABETH TORRES LÓPEZ
ANALISTA

REVISO:

GALDINA BALTAZAR CRUZ
ANALISTA

APROBO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

AUTORIZO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 3 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TÍTULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		REVISIÓN: 0

2. Intervalo y sensibilidad.

La sensibilidad, el límite de detección y el intervalo de trabajo óptimo para cada metal se dan en la tabla 2. La sensibilidad se define como la concentración de un elemento dado a la cual absorberá el 1% de la radiación incidente (0.0044 unidades de absorbancia) cuando es aspirado en la flama. El límite de detección se define como la concentración de un elemento dado el cual produce una señal equivalente a dos veces la desviación estándar de la señal del blanco para soluciones acuosas. Los valores del blanco y de los límites de detección para muestras reales pueden ser mayores que las dadas en la tabla 2 ya que los blancos resultantes de los reactivos y del material del filtro no han sido tomados en cuenta. El intervalo de trabajo para una precisión analítica mejor del 3% se define como aquellas concentraciones las cuales absorben más del 10% de la radiación incidente y están en la región lineal de la curva de calibración. Los valores de sensibilidad y de los límites de detección varían mucho de instrumento a instrumento.

3. Precisión y exactitud

3.1 La desviación estándar relativa de las mediciones analíticas es aproximadamente del 3% cuando las mediciones se hacen en los intervalos que aparecen en la tabla I. la desviación estándar relativa total será mayor que este valor debido a errores asociados con los pasos de recolección y preparación de muestras.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA:
4 DE 20

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL PNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

FECHA DE EMISIÓN:
14-AGOSTO-2001

TITULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

REVISIÓN:
0

3.2 Basándose en pruebas realizadas usando filtros cargados a tres niveles de concentración con una generación de aerosoles dinámica y un sistema de muestreo, se obtuvo que el porcentaje promedio recuperado y la desviación estándar para metales representativos es de:

Metal	% Promedio Recuperado	Desviación Estándar
Cd	100.8	± 9.9
Co	97.6	± 13.9
Cr	96.6	± 10.8
Ni	98.6	± 10.3
Pb	98.7	± 12.2

ELABORO:

ELIZABETH TORRES LÓPEZ
ANALISTA

REVISO:

GALDINA BALTAZAR CRUZ
ANALISTA

APROBO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

AUTORIZO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA:
5 DE 20

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL PNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

**FECHA DE EMISIÓN:
14-AGOSTO-2001**

TÍTULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

**REVISIÓN:
0**

4. Interferencias

4.1 En la espectrofotometría de absorción atómica, la existencia de interferencias es menos frecuente que en cualquier otro método de determinación analítica. Sin embargo, pueden existir interferencias, y cuando se encuentren pueden corregirse como se indica en las secciones siguientes

Los métodos de adición patrón y los datos para corrección y monitoreo son usados para identificar la presencia de problemas de interferencias. La matriz de las muestras y estándares se ajustan tanto como sea posible para minimizar los problemas de interferencia que pudieran presentarse.

4.1.1 Se puede presentar una absorción oscura o una absorción no específica de las partículas producidas en la flama las cuales pueden dispersar la radiación incidente causando una señal aparente de absorción. Se puede encontrar problemas de dispersión de la luz cuando se analiza soluciones con alto contenido de sales. Los problemas de dispersión de la luz son más severos cuando las mediciones se hacen a bajas longitudes de onda (por ejemplo abajo de 250 nm). La absorción oscura puede también ocurrir como el resultado de la formación de varias especies moleculares que pueden absorber luz.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
_____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	_____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.PAGINA:
6 DE 20

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL PNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

FECHA DE EMISIÓN:
14-AGOSTO-2001

TÍTULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

REVISIÓN:
0

4.1.2 Las interferencias del espectro se refieren a aquellas interferencias que ocurren como resultado de un átomo diferente del medio que se está midiendo y que absorbe una porción de radiación incidente. Estas interferencias son extremadamente raras en la absorción atómica. En tales casos las lámparas de multi-elementos de cátodo hueco no deben usarse, o el uso de ranuras más estrechas del espectro o longitudes de ondas alternas deben ser usadas para solucionar el problema.

4.1.3 Las interferencias de ionización pueden presentarse cuando se mide un átomo fácilmente ionizable. El grado en el cual se ionizan los átomos es dependiente de la concentración atómica y de la presencia de otros átomos en la muestra que también se ionizan fácilmente. Las interferencias por ionización pueden controlarse adicionando a la muestra una alta concentración de otro elemento fácilmente ionizable que amortiguará la concentración del electrón en la flama. Generalmente 1000 a 2000/mL de una sal de metales alcalinos (K, Na y Cs) se agregan a la muestra y a las soluciones estándar.

4.1.4 Las interferencias químicas ocurren en la espectrofotometría de absorción atómica cuando las especies presentes en la muestra causan variaciones en el grado en el cual los átomos se forman en la flama. Dichas interferencias pueden corregirse controlando la matriz estándar y la matriz de muestra, usando el método de adiciones estándar o usando la flama a alta temperatura.

ELABORO:

ELIZABETH TORRES LÓPEZ
ANALISTA

REVISO:

GALDINA BALTAZAR CRUZ
ANALISTA

APROBO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

AUTORIZO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 7 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA	
TITULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001	
		REVISIÓN: 0

4.1.5 Las interferencias físicas pueden presentarse si las propiedades físicas de la muestra varían significativamente. Cambios en la viscosidad y en la tensión superficial, pueden afectar la velocidad con que se aspira la muestra y causar resultados erróneos. La dilución de la muestra y/o el método de adiciones estándar se usan para corregir este tipo de interferencias. Altas concentraciones de silicato en la muestra pueden causar problemas de aspiración. Si existen grandes cantidades de silicato que se puedan extraer de las muestras, sin importar qué elementos van a ser medidos, deben mantenerse las muestras en reposo durante varias horas y centrifugarlas posteriormente para quitar el silicato presente.

4.2 Este procedimiento describe un método generalizado para la mayoría de las muestras que son de interés. Existen, sin embargo algunas formas relativamente raras de las sustancias químicas contenidas en la tabla 1 que no podrán ser disueltas al usar este procedimiento. Si se trabaja con algunas de estas formas de las sustancias, los resultados obtenidos usando este procedimiento deben compararse con los obtenidos usando un procedimiento de disolución apropiado. Alternativamente pueden compararse los resultados con valores obtenidos al usar una técnica de no destrucción en la que no se requiere disolver la muestra (ejemplo: Fluorescencia con rayos x, análisis por activación).

ELABORO: ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA: 8 DE 20
VERSIÓN DEL PNO: 000
FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
REVISIÓN: 0

SISTEMA DE CALIDAD
LABORATORIO: ESPECTROSCOPÍA
TITULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

5. Ventajas y desventajas

5.1 Ventajas. La sensibilidad es adecuada para todos los métodos de los metales contenidos en las muestras de aire con un volumen adecuado de aire muestreado.

5.2 Desventajas. Se necesitan aproximadamente 2 mililitros de solución para la determinación de cada metal. También, los límites de detección necesarios de pequeñas cantidades de muestra a analizar o la réplica del análisis de varios elementos por muestra.

6. Instrumentación y equipo

6.1. Equipo de muestreo. La unidad de muestreo para la recolección de muestras personales de aire tiene los componentes siguientes:

6.1.1. La unidad de filtrado consiste, en un filtro (6.2) cartucho apropiado de portafiltras, un portafiltras de 2 o 3 piezas (milipore o equivalente)

6.2. Filtro de membrana de éster de celulosa, 0,9 micrómetros de tamaño de poro, 37 mm (milipore tipo AA o equivalente).

ELABORO: _____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: _____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD			PAGINA: 9 DE 20
			VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA		FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TÍTULO:	PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		REVISIÓN: 0
<p>6.3. Material de vidrio (borosilicato) Antes de usarse, todo el material de vidrio debe ser limpiado con ácido nítrico 1:1 y enjuagarse varias veces con agua destilada.</p> <p>6.3.1. Vaso de precipitado de 125 mL con vidrio de reloj.</p> <p>6.3.2. Matraces volumétricos de 10 mL</p> <p>6.3.3. Matraces volumétricos de 25 mL</p> <p>6.3.4. Matraces volumétricos de 50 mL</p> <p>6.3.5. Matraces volumétricos de 100 mL</p> <p>6.3.6. Matraces volumétricos de 1 L</p> <p>6.3.7. Botellas de polietileno de 125 mL</p> <p>6.3.8. El material de vidrio adicional como pipetas graduadas o volumétricas de diferentes tamaños se requerirá dependiendo del elemento a ser determinado y de las diluciones requeridas para tener las concentraciones de muestra por arriba del límite de detección y en el intervalo de respuesta lineal.</p> <p>6.4. Parrilla calefactora (adecuada para operar a 165 °C).</p> <p>6.5. Equipo para el análisis.</p> <p>6.5.1. Espectrofotómetro de absorción atómica con cabeza de quemadores para flamas aire-acetileno y óxido nítrico -acetileno.</p> <p>6.5.2. Lámparas: de cátodo hueco.</p>			
ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA: 10 DE 20
VERSIÓN DEL PNO: 000
FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
REVISIÓN: 0

SISTEMA DE CALIDAD	
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA
TITULO:	PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

6.5.3. Reguladores de 2 etapas de aire, acetileno y óxido nítrico.

6.5.4. Resistencia calefactora y reóstato para el regulador de óxido nítrico (para la segunda etapa el regulador y la manguera de conexión para el instrumento deben de calentarse aproximadamente a 60 °C para prevenir el congelamiento)

6.6. Suministros

6.6.1. Gas acetileno (cilindro) de un grado especificado por el fabricante del instrumento empleado. Reemplace el cilindro cuando la presión se encuentre por debajo de los 100 psi.

6.6.2. gas de óxido nítrico (cilindro)

6.6.3. suministro de aire con un mínimo de presión de 40 psi filtrado para remover aceite y agua.

7. Reactivos.

7.1. Pureza. Reactivos Químicos grado analítico ACS (American chemical Standard) o su equivalente deben ser usados en todas las pruebas. Con respecto al agua debe ser bidestilada o equivalente. Tener cuidado con la selección de reactivos y seguir esencialmente las precauciones que se mencionan cuando se van a obtener valores bajos del blanco.

7.2. Ácido nítrico concentrado (56% - 71 %), redestilado, con gravedad específica de 1.42.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
_____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	_____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA: 11 DE 20
VERSIÓN DEL PNO: 000
FECHA DE EMISIÓN: 14-AUGOSTO-2001
REVISIÓN: 0

SISTEMA DE CALIDAD

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

TITULO:
PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

7.3. Ácido nítrico al 10%.

7.4. Las cantidades de disolución estándar base (1000µg/mL) para cada metal en la tabla 1, deben estar preparadas comercialmente o siguiendo las recomendaciones de los fabricantes de los instrumentos a usar.

7.5. Nitrato de lantano hexahidratado (La(NO₃)₃ · 6 H₂O)

7.6. Nitrato de cesio (CsNO₃)

8. Procedimiento

8.1. Limpieza del equipo. Antes de comenzar a utilizar el material de vidrio se debe limpiar con una solución de HNO₃ 1:1 enjuagarse varias veces con agua destilada y secar, si persiste algún residuo químico muy difícil de limpiar, lavar con una solución saturada de dicromato de sodio preparada con ácido sulfúrico concentrado.

Nota: no usar esta solución para el análisis con cromo, utilizar potasa alcohólica, enjuagar perfectamente con agua tibia de la llave y posteriormente con agua desionizada, en este orden y después secar.

8.1.2. Una vez utilizado todo el material de vidrio se remoja en una solución con detergente neutro para quitar los residuos químicos y grasos.

8.2. Colección y envío de muestras.

ELABORO:	REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
_____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	_____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	_____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA:
12 DE 20

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL FNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

FECHA DE EMISIÓN:

14-AGOSTO-2001

TITULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

REVISIÓN:

0

Las partículas de materia en el ambiente, los polvos y humos industriales se muestrean con filtros de membrana de celulosa.

8.2.2. Para el muestreo personal, se usan portafiltras de 37 mm de diámetro.

8.2.3. Después de que se ha completado la recolección de muestras, tape los extremos abiertos del cartucho de portafiltras y realice la preparación de las muestras (el análisis). Deben de evitarse las pérdidas de la muestra debidas a la sobrecarga (>2 miligramos)

8.2.4. Las muestras del porta filtros deben sellarse en portafiltras de plástico individuales para su posterior almacenamiento y envío.

8.3. Preparaciones de la muestras.

8.3.1. Las muestras y los blancos (un mínimo de un filtro de blanco por cada 10 filtros de muestra) son transferidos a un vaso de precipitado se cubre con un vidrio de reloj y se calienta en una parrilla a 165 °C dentro de una campana de extracción hasta que se disuelva la muestra y se produzca la solución ligeramente amarilla. Sin embargo, adiciones subsecuentes de HNO₃ pueden necesitarse para completar la digestión y destrucción de altas concentraciones de material orgánico y bajo estas condiciones, se necesitarán tiempos de digestión mayores.

ELABORO:

REVISO:

APROBO:

AUTORIZO:

ELIZABETH TORRES LÓPEZ
ANALISTA

GALDINA BALTAZAR CRUZ
ANALISTA

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

M.C. LOURDES CASTILLO G
JEFE DEL LABORATORIO

FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 13 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TITULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		REVISIÓN: 0

Una vez que se ha completado la digestión, como lo indica la solución clara en el vaso de precipitado se quita el vidrio de reloj y se enjuaga con HNO₃ al 10 % dejando caer el lavado dentro del vaso de precipitado que contiene la muestra. Los vasos de precipitado se colectan entonces en un baño de vapor a 100 °C y se deja a sequedad.

8.3.2. Una vez que la muestra está seca, enjuague las paredes del vaso de precipitado con 3 a 5 mL de HNO₃ al 10% y caliente a 100 °C durante 5 minutos para solubilizar los residuos. Esta solución es transferida cuantitativamente con HNO₃ al 10 % a un matraz volumétrico de capacidad adecuada para las concentraciones de los metales.

Si para alguno de los elementos que se están determinando se necesita usar la solución amortiguadora ionizante, se agregan 0.2 mL de cesio a una concentración de 50 mg/mL al matraz volumétrico y si para algunos de los elementos que se están determinando se necesita usar el agente liberante, se agregan 0.2 mL de lantano con una concentración de 50mg /mL al matraz volumétrico. Las muestras se diluyen posteriormente en volumen con HNO₃ al 10 %.

8.3.3. La solución de las muestras puede ser directamente analizada para un elemento de muy baja concentración en la muestra. Las alícuotas de esta solución pueden diluirse a un volumen apropiado para los otros elementos de interés presentes en la muestra a altas concentraciones, (se requieren aproximadamente 2 mL de solución para cada elemento que va a ser analizado). El factor de dilución dependerá de la concentración de los elementos en la muestra que van a ser determinados por este procedimiento.

ELABORO: ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

PAGINA:
14 DE 20

SISTEMA DE CALIDAD

VERSIÓN DEL PNO: 000

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

FECHA DE EMISIÓN:
14-AGOSTO-2001

TITULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

REVISIÓN:
0

8.4. Análisis de las muestras.

8.4.1. Mantenga los instrumentos operando a condiciones normales como lo recomienda el fabricante. Los instrumentos deben colocarse a la máxima intensidad de radiación para la longitud de onda dada para cada elemento en la tabla 1.

8.4.2. Las soluciones estándar deben semejarse a la matriz tanto como sea posible y deben de correrse por duplicado. Las soluciones estándares de trabajo, preparadas diariamente, son aspiradas en la flama registrando su absorbancia. Prepare una curva de calibración como se describe en la sección 9.2.3 (todos los productos de combustión de la flama de absorción atómica deben quitarse por exhaustión a través del uso de un buen sistema de separación de ventilación por flama).

8.4.3. Cada filtro de blanco debe manejarse y hacerse pasar por el mismo procedimiento cada vez que las muestras son analizadas.

8.4.4. Aspirar directamente las muestras diluidas apropiadas dentro del instrumento y registra la absorbancia para la comparación con estándares. La absorbancia debe estar arriba del intervalo de calibración. Aspire agua entre cada muestra. Un intervalo medio del estándar debe de aspirarse con la suficiente frecuencia (por ejemplo uno cada 5 muestras) para asegurar la exactitud de la determinación de la muestra. Hasta donde sea posible todas las determinaciones deben basarse en análisis con réplica.

ELABORO:

ELIZABETH TORRES LÓPEZ
ANALISTA

REVISO:

GALDINA BALTAZAR CRUZ
ANALISTA

APROBO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

AUTORIZO:

M.C. LOURDES CASTILLO G.
JEFE DEL LABORATORIO

FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 15 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPÍA	
TITULO:	PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb	
		FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
		REVISIÓN: 0

9. Estándares y calibración.

9.1. supresores de la ionización y de las interferencias químicas.

9.1.1. Solución de lantano (50 mg/mL) disolver 156.32 g de nitrato de lantano ((LaNO₃)₃ 6H₂O) en HNO₃ al 2% (V/V) Diluir a volumen en un matraz volumétrico de 1 litro con HNO₃ al 2% (V/V). Si se almacenan dentro de una botella de polietileno la solución permanece estable por lo menos un año.

NOTA: Se puede utilizar una sal alternativa de lantano que cumpla con estas características para obtener la concentración recomendada.

9.1.2. Solución de Cesio (50 mg/mL) disolver 73.4 g de nitrato de cesio (CsNO₃) en agua destilada. Diluir a volumen con agua destilada en un matraz volumétrico de 1 litro. Si se almacena dentro de una botella de polietileno la solución permanece estable durante por lo menos un año.

9.2. Solución Estándares de los Metales.

9.2.1. Estándares diluidos (100 microgramos/mL). Pipetear 10 mL de HNO₃ y diluir a volumen con agua destilada.

ELABORO: _____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: _____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 16 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:		FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
ESPECTROSCOPÍA		REVISIÓN: 0
TÍTULO:		
PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		

9.2.2. Estándares de Trabajo. Se preparan estándares de trabajo para cada metal de interés por dilución de los estándares diluido en 9.2.1 o de los estándares de la cantidad sobrante en 8.3 de tal manera que la concentración final del ácido sea la misma para las muestras y los estándares (por ejemplo en la mayoría de los casos HNO₃ al 10% V/V) Se agrega lantano o cesio a las muestras y estándares, de tal forma que la concentración final sea de 1000 microgramos de La o Cs /mL. Las concentraciones de los estándares de trabajo deben de cubrir el intervalo para el metal de interés. Prepare éstas soluciones diariamente.

9.2.3. Las soluciones estándares se aspiran a la flama y se registra su absorbancia (o concentración). Si el instrumento usado registra transmitancia, estos valores deben ser convertidos en absorbancia. Se elabora una curva de calibración graficando unidades de absorbancia contra la concentración del metal. La mejor curva (calculada por el método de los mínimos cuadrados o regresión lineal) se ajusta a los datos de los puntos. Esta línea o la ecuación describiendo la línea se usa para obtener la concentración del metal en las muestras que se analizan.

9.2.4. Para asegurar que el procedimiento de preparación se sigue adecuadamente, filtros de membrana se adicionan con cantidades conocidas de los elementos que van a ser determinados al añadir cantidades apropiadas de los estándares descritos y se les hace pasar a través del proceso descrito. Se determina la cantidad de metal y se calcula el por ciento de recuperación. Estas pruebas darán datos de precisión y recuperación para el procedimiento conforme se realiza en el laboratorio para los compuestos solubles de los elementos que van a ser determinados.

ELABORO: _____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: _____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 17 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPÍA	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TÍTULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		REVISIÓN: 0

9.2.5. Análisis por el método de adiciones estándares. Para checar las interferencias, las muestras son inicial y periódicamente analizadas por el método de adiciones estándares y los resultados son comparados con aquellos obtenidos por la determinación analítica convencional.

Para este método, la muestra se divide en tres alícuotas de 2 mL cada una. Se añade a una de las alícuotas una cantidad de metal aproximadamente igual a la de la muestra.

A otra de las alícuotas se le agrega dos veces esta cantidad, (las adiciones se pueden realizar por la técnica de micropipeteado de manera que el volumen no exceda el 1% del volumen original de la alícuota, ejemplo 10 μ L y 20 μ L añadidos a la alícuota de 2 ml).

Se analizan las soluciones y se leen las absorbancias graficándolas contra el metal añadido a la muestra original. La línea obtenida de la gráfica se extrapola a una absorbancia de cero y la intersección con el eje de la concentración se toma como la cantidad de metal en la muestra original en 9.2. si el resultado de esta determinación no concuerda con el 10 % de los valores obtenidos con el procedimiento en 9.2.3 se indica la presencia de una interferencia y deben utilizarse las técnicas de adición estándar para el análisis de muestra.

ELABORO: ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 18 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPÍA	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
TÍTULO:		REVISIÓN: 0
PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb		

VI. SISTEMA DE REGISTRO.

Se mantendrán los siguientes registros:

El formato de registro del análisis, debe contener los siguientes datos: (ver anexo I)

- Número de análisis.
- Fecha del análisis.
- Identificación de la muestra.
- Nombre y firma de quien realizó el análisis.
- Nombre y firma de quien supervisó el análisis.

VII. Modificaciones del procedimiento.

El formato de registro para modificaciones del procedimiento deberá contener el número de revisión, el cual se le dará un número consecutivo a partir de la primera revisión que es 001 y así sucesivamente.

FORMATO. (ver anexo II)

NOTA: En la versión el 000 significa original para todos los formatos.
En la revisión el 0 significa el número de cambios.

REFERENCIA: Walter L. Elaboración de un manual de calidad. Pharma News. 1993; 4: 32 – 43, 24 –25, 16 – 19 y 26 – 28.

ELABORO: _____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: _____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

PAGINA: 19 DE 20
VERSIÓN DEL PNO: 000
FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001
REVISIÓN: 0

SISTEMA DE CALIDAD

LABORATORIO:

ESPECTROSCOPIA

TITULO:

PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb

ANEXO. I

UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.

SISTEMA DE CALIDAD				VERSIÓN: 000	
TITULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACION DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb				FECHA DE ELABORACION: DIA - MES - AÑO	
				REVISIÓN: 0	
REGISTRO DE ANALISIS					
No. DE ANALISIS	FECHA	IDENTIFICACIÓN DE LA MUESTRA	ACEPTACIÓN / RECHAZO	NOMBRE Y FIRMA DEL ANALISTA	NOMBRE Y FIRMA DEL SUPERVISOR
ELABORO:		REVISO:		APROBO:	
FECHA:		FECHA:		FECHA:	

ELABORO: _____ ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: _____ GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: _____ M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD		PAGINA: 20 DE 20
		VERSIÓN DEL PNO: 000
LABORATORIO:	ESPECTROSCOPIA	
TITULO:	FECHA DE EMISIÓN: 14-AGOSTO-2001	
PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb	REVISIÓN: 0	

ANEXO. II

**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO
FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES ZARAGOZA.**

SISTEMA DE CALIDAD				VERSIÓN: 000
TÍTULO: PROCEDIMIENTO PARA LA CUANTIFICACION DE Cd, Co, Cr, Ni y Pb				FECHA DE ELABORACION: DIA - MES - AÑO
				REVISIÓN: 0
FORMATO DE REGISTRO PARA LAS MODIFICACIONES DEL PROCEDIMIENTO				
Nº. DE REVISIÓN	FECHA DE REVISIÓN	FECHA DE SIGUIENTE REVISIÓN	MODIFICACIONES REALIZADAS	APROBÓ: NOMBRE, FIRMA Y PUESTO/AREA
ELABORO:		REVISO:	APROBO:	AUTORIZO:
FECHA:		FECHA:	FECHA:	FECHA:

ELABORO: ELIZABETH TORRES LÓPEZ ANALISTA	REVISO: GALDINA BALTAZAR CRUZ ANALISTA	APROBO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO	AUTORIZO: M.C. LOURDES CASTILLO G. JEFE DEL LABORATORIO
FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001	FECHA: 14 - AGOSTO - 2001