

**UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRES
FACULTAD DE CIENCIAS PURAS Y NATURALES
CARRERA DE CIENCIAS QUIMICAS**



**TRABAJO PARA OBTAR AL TITULO DE LICENCIADO
EN CIENCIAS QUIMICAS**

***DETERMINACION DE LA CONCENTRACION DE METALES EN AGUAS
SUBTERRANEAS Y SUPERFICIALES DEL MUNICIPIO DE VIACHA POR
FLUORESCENCIA DE RAYOS X-REFLEXION TOTAL***

POR:

UNIV. ROLANDO RENE CHUQUIMIA NINAHUANCA

TUTOR:

RIGOBERTO CHOQUE ASPIAZU PhD

LAPAZ - BOLIVIA

2016

Resumen

Dentro de la sociedad existe la necesidad latente del consumo de agua, cualquiera que sea la procedencia de estas aguas, es necesario determinar como estas aguas estas compuestas dentro de sus propiedades fisicoquímicas y conocer el contenido de las especies disueltas.

Una de las preguntas comúnmente realizadas en las distintas poblaciones sobre aguas es el contenido de distintos metales presentes en la muestra de tal manera que las mismas deben estar dentro de los límites permisibles de concentraciones.

Las aguas que se utilizan en Viacha son destinadas a ganadería y agricultura, también se debe mencionar que las aguas son de distinta procedencia, estas aguas son de los distintos lugares del municipio de Viacha. Realizando un muestreo representativo de estas aguas se logró determinar las concentraciones de los contenidos acuíferos superficiales y subterráneos.

Se realizó los distintos cálculos de concentraciones por el método analítico de reflexión total en las distintas muestras la cual se muestran resultados de tal forma se verificara si los mismos son producto de la contaminación de las distintas industrias que se encuentran adyacentes en el municipio de Viacha.

Los cálculos realizados también toman en cuenta los límites permisibles a nivel internacional sobre las concentraciones de las distintas especies en las muestras de agua, con el propósito de poder desembocar en aguas.

Índice general

Resumen	1
Índice general	2
Índice de tablas y figuras	5
CAPITULO I - INTRODUCCION	
1.1. Antecedentes	7
1.2. Objetivos	7
1.2.1. Objetivo general	7
1.2.2. Objetivos Específicos	7
1.3. Alcance	7
1.4. Justificación	8
CAPITULO II - MARCO TEORICO	
2.1. Principios de Fluorescencia de rayos X	9
2.1.1. Angulo critico	10
2.1.2. Reflexión	12
2.1.3. Penetración del espesor	12
2.2. Modelo del método de Reflexión total	13
2.3. Los límites de detección	15
2.4. Parámetros físicos de la calidad del agua	19
2.5. Parámetros químicos de la calidad del agua	19
2.6. Parámetros biológicos de la calidad del agua	19

2.7. Parámetros fisicoquímicos de aguas	19
2.7.1. Conductividad eléctrica	19
2.7.2. pH	20
2.7.3 .Demanda biológica de oxígeno	21
2.7.4. Alcalinidad	21
2.7.6. Sólidos totales	22
2.7.5. Turbidez	22
CAPITULO III - MATERIALES Y METODOS	
3.1. Equipo de FRXT	24
3.2. Toma de muestras Liquidas	26
3.3. Preparación de la muestras	34
3.4. Irradiación y registración de las muestras por el equipo	36
CAPITULO IV - CALIBRACIÓN DEL SISTEMA FRX-RT	
4.1. Lámpara de Molibdeno	41
4.2. Las soluciones estándar	42
4.3. Limites de detección	43
CAPITULO V - RESULTADOS	
5.1. Cuantificación de las muestras	45
5.2. Comparación con el material de referencia	49
CAPITULO VI - DISCUSIÓN	
6.1. Discusión	51
CAPITULO VII - CONCLUSIONES	
7.1. Conclusiones	53

7.2. Recomendaciones	54
Bibliografía	55
Anexos	
Anexo 1 - Norma de calidad ambiental	56
Anexo 2 - Tabla de intensidades relativas	62
Anexo 3 - Material de referencia	65
Anexo 4 – Mapas de los puntos de muestreo según los niveles	66

Índice de Tablas, Figuras y Gráficos

Figura 1. Efecto Compton	10
Figura 2 Limites de detección (pg) y concentración mínima detecta el (ppb) en función del número atómico de los elementos químicos.	17
Figura 3. Equipo de fluorescencia de Rayos X Rx ITAL STRUCTURES modelo COMPACT 3K5	25
Figura 4. Control del voltaje y corriente del equipo de fluorescencia de rayos X	25
Figura 5. Lámpara de Mo con blanco de W	26
Figura 6. Sistema de refrigeración COSMOTREC Industrial Colling	26
Figura 7. Muestreo de aguas en el municipio de Viacha	28
Tabla 1. Coordenadas de muestras de aguas superficiales	29
Tabla 2. Coordenadas de muestras de aguas subterráneas (semi confinado)	29
Tabla 3. Coordenadas de muestras de aguas subterráneas (confinado)	30
Figura 8. Toma de coordenadas de muestreo	31
Figura 9. Toma de parámetros fisicoquímicos del muestreo	31
Tabla 4. Mediciones fisicoquímicas de las aguas superficiales	32
Tabla 5. Mediciones fisicoquímicas de las aguas subterráneas (semiconfinado)	32
Tablas 6. Mediciones de fisicoquímicas de las aguas subterráneos (confinado)	33
Figura 10. Mapa de muestreo	34
Figura 11. Preparación de la muestras	35
Grafico 1. Espectro del material de referencia ARCAL 1010-2 color negro	38

Espectro de la muestra VCH-144 color rojo	38
Grafico 2. Espectro de la solución multielemental de concentración 5 ppm	42
Grafico 3. Curvas de calibración	43
Grafico 4. Curvas de límite de detección en muestras líquidas	43
Grafico 5. Espectro de un reflector de cuarzo limpio para realizar el (BG) _i	44
Tabla 7. Cuantificación de blancos reactivos y viajeros para los cationes Cr, Mn, Fe, Co y Ni	45
Tabla 8. Cuantificación de blancos reactivos y viajeros para los cationes Cu, Mn, Zn, As, Tl, Pb y Bi	46
Tabla 9. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas superficiales	46
Tabla 10. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas subterráneas (semiconfinado)	48
Tabla 11. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas subterráneas (confinado)	49
Tabla 12. Resultados de la concentración del material de referencia ARCAL-2	50
Tabla 13. Resultados de la comparación de Material de referencia	50

Capítulo 1

Introducción

1.1. Antecedentes

La contaminación en las distintas aguas es un problema medioambiental con consecuencias a corto, mediano y largo plazo, en el presente trabajo dirigido se realiza el estudio de la contaminación en aguas y pozos del municipio de Viacha. La importancia de poder conocer el nivel de contaminación que tienen estas aguas es de vital importancia para la población, el sector donde se encuentra la localidad de Viacha cuenta con grandes industrias las mismas que generan un cierto grado de contaminación dentro del municipio.

1.2. Objetivos

1.2.1. Objetivo general

- Determinar la concentración de metales en las aguas del municipio de Viacha empleando la técnica analítica instrumental como la FRX-RT.

1.2.2. Objetivos específicos

- Realizar un análisis cualitativo de las aguas por la técnica de fluorescencia de rayos X reflexión total
- Determinar los niveles de concentración mediante un análisis cuantitativo de las muestras a partir de una muestra de concentraciones conocidas
- Determinar el límite de detección de los distintos cationes presentes en las muestras.

1.3. Alcance

Alcance geográfico:

El estudio y la toma de muestras se realizaron en regiones urbanas del municipio de Viacha. En pozos subterráneos y ríos que están sobre el municipio de Viacha o en sus alrededores.

Alcance institucional

Dentro del alcance institucional tenemos las aguas de ríos y pozos del municipio de Viacha, por tal motivo se pretende expandir la aplicación de la técnica a otros municipios del departamento de La Paz que cuentan con el recurso agua.

Alcance científico

La ciencia es parte del desarrollo de un determinado municipio por tal razón establecer un protocolo sobre la técnica FRXT en matrices líquidas es una innovación científica dentro del campo del análisis instrumental la técnica permite tomar muestras pequeñas las cuales son irradiadas y cuantificadas por esta técnica sin necesidad de utilizar reactivos y evitando contaminación dentro de los laboratorios.

Alcance Social

Los resultados de estos análisis pueden ser utilizados como datos para posteriores programas de remediación ambiental.

1.4. Justificación

Mediante este trabajo se pretende dar a conocer los niveles de contaminación por metales disueltos en las aguas del municipio de Viacha, estas aguas desembocan en dichos sectores los cuales son utilizadas en agricultura sin previo tratamiento de las mismas con esto se justifica el sentido del trabajo realizando un estudio exhaustivo de las mismas determinando su concentración de cada uno de los analitos presentes en las muestras.

Capítulo 2

Marco teórico

2.1. Principios de Fluorescencia de rayos X

Como introducción al laboratorio de fluorescencia de rayos X inicialmente se estudió básicamente los principios por los que se basa el equipo de fluorescencia de rayos X.

El texto base es el Handbook de Espectrometría de Rayos X que son las paginas (453 – 489). El capítulo que se estudio es la física de reflexión total en rayos X para este principio fundamental se basa en los tres siguientes parámetros:

- Angulo critico
- La reflexión
- Penetración del espesor de la muestra

El efecto Compton en el año 1923 demostraba que la radiación se comporta como masa al irradiar una muestra que la misma tiene un electrón chocando elásticamente con esta y que está a su vez podría a llegar formar un ángulo con respecto de la dirección original.

Cuando la radiación pasa por una región en la que hay electrones libres, además de la radiación incidente, se observa otra radiación de frecuencia distinta. Esta nueva radiación se interpreta como la radiación dispersada por los electrones libres. La frecuencia de la radiación dispersada (n) es menor que la de la incidente (n_0) y en consecuencia su longitud de onda es mayor (es decir, tiene menor energía). La longitud de onda de la radiación dispersada es diferente para cada dirección de dispersión. Este fenómeno se conoce como efecto Compton.

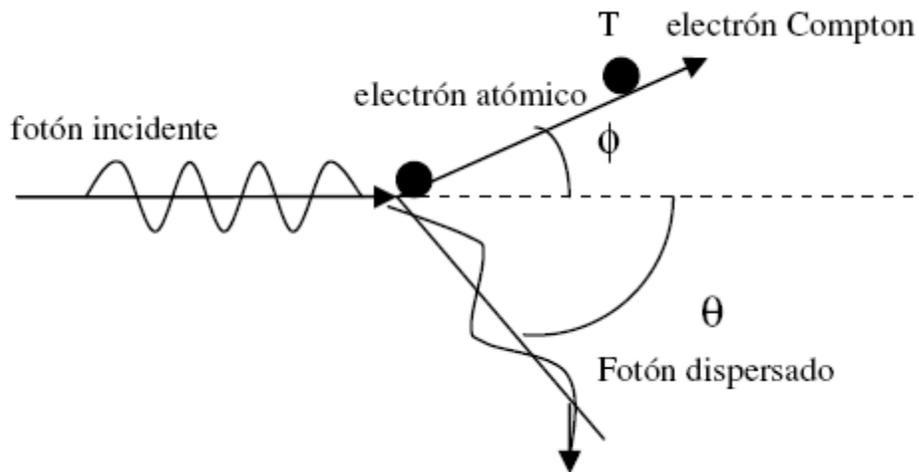


Figura 1. Efecto Compton

2.1.1. Angulo crítico

Para la determinación del ángulo se sigue el siguiente procedimiento de resolución de ecuaciones:

$$n' = 1 - \delta - i\beta$$

$$\delta = (10^{-5} - 10^{-6})$$

$$n' = 1$$

$$\beta = \frac{\mu^* \lambda}{4\pi}$$

Donde:

μ^* = Coeficiente de absorción Lineal

λ = Longitud de onda de la Radiación X

$$\delta = \frac{n_e e^2 \lambda^2}{2\pi m C^2}$$

n_e = Densidad del electrón

e = Carga del electrón

m = Masa del electrón

C = Velocidad de la Luz

Con este ángulo se determina no solo los coeficientes de absorción lineal sino que a su vez muestran claros resultados que posteriormente se transformaran en resultados que podrán ser cuantificados.

Densidad del electrón

$$n_e = N_A \rho \frac{Z}{A}$$

N_A = Numero de Avogadro

ρ = Densidad

Z = Numero Atómico

A = Masa Atómica

Ecuación de Snell's para reflexión Total

$$\cos \phi_c = 1 - \delta$$

Dónde:

$$\phi_c = \sqrt{2\delta}$$

$$\phi_c = \frac{99.1}{E} \sqrt{\frac{Z\rho}{A}}$$

Para los rayos X, d y b tienen valores muy pequeños, d es del orden de 10^{-6} y b es aún menor. Por lo tanto, la parte real de n es siempre menor que 1 y, ya que los rayos X inciden desde el vacío (o aire) y sufrirán refracción al atravesar la interface.

El ángulo crítico da un rango de ángulos de incidencia para los cuales se produce la reflexión total, esto es, solamente para ángulos menores al ángulo crítico. Según esta última definición, también establece un rango de energías: para energías mayores a E_c no hay reflexión total, el fenómeno tiene lugar para energías menores a E_c .

2.1.2. Reflexión

$$R = \frac{\left\{ \sqrt{2}X - [(X^2 - 1)^2 + Y^2]^{\frac{1}{2}} + (X^2 - 1)^{\frac{1}{2}} \right\}^2 + [(X^2 - 1)^2 + Y^2]^{\frac{1}{2}} - (X^2 - 1)}{\left\{ \sqrt{2}X + [(X^2 - 1)^2 + Y^2]^{\frac{1}{2}} + (X^2 - 1)^{\frac{1}{2}} \right\}^2 + [(X^2 - 1)^2 + Y^2]^{\frac{1}{2}} - (X^2 - 1)}$$

Dónde:

$$X = \frac{\phi}{\phi_c} \quad y \quad Y = \frac{\beta}{\delta}$$

Esta expresión implica que para ángulos menores al ángulo crítico la energía es totalmente reflejada, aunque en el resultado exacto una pequeña parte es transmitida. Para ángulos mayores al ángulo crítico, la reflectividad tiende rápidamente a 0, por lo que la energía es mayormente transmitida.

2.1.3. Penetración del espesor

$$z_p = \frac{\lambda}{4\pi \sqrt{\delta} \left\{ [(X^2 - 1)^2 + Y^2]^{\frac{1}{2}} - (X^2 - 1) \right\}^{\frac{1}{2}}}$$

La reflectividad y la profundidad de penetración dependen del ángulo de incidencia, tal como se representa en las ecuaciones. Para ángulos mayores al ángulo crítico la reflectividad cae y la profundidad de penetración crece rápidamente.

Casos especiales:

$$z_p = \sqrt{\frac{m c^2}{16\pi N_A e^2}} \sqrt{\frac{A}{Z_p}} = 3.4 \times 10^{-7} \sqrt{\frac{A}{Z_p}} \quad \text{Para} \quad \phi \rightarrow 0$$

$$z_{\rho} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\lambda}{\pi \mu^*}}$$

Para $\phi = \phi_c$

$$z_{\rho} = \frac{\phi}{\mu^*}$$

Para $\phi \gg \phi_c$

2.2. Modelo del método de Reflexión total

Un tubo de rayos X con el objetivo de Mo y filtro de Zr, operado a 45 kV / 20 mA, se utilizó para la excitación de las muestras. y la condición total del ángulo de reflexión se obtuvo con un módulo de doble reflector construido con dos cristales de cuarzo de 10 cm de largo y 7 mm de grosor colocada 50 nm de distancia. Se utilizó un espectrómetro de alta resolución basado en un detector de Si (Li) acoplado a un analizador multicanal para la detección de rayos X y el espectro de rayos X fueron interpretados por el software AXIL.

El sistema se calibró con soluciones químicas estándar que contiene Cr, Fe, Cu, Zn y Pb, e Y se utilizó como patrón interno para corregir errores geométricos eventuales e inestabilidades de alta tensión en el generador de rayos X. Los límites de detección fueron 18, 9, 7 y 6 ppb para Cr, Fe, Cu y Zn, respectivamente, se analizaron a través Ka característico de rayos X, y 7 ppb para el Pb. por La X-ray, teniendo en cuenta una muestra de 50 μ L depositado y se secó en un soporte de cuarzo y excitado / detectada durante 1000 s.

La técnica de fluorescencia de reflexión total de rayos X (TXRF) es una variación de la dispersión de energía de fluorescencia de rayos X convencional técnica (ED-XRF) y se introdujo en 1971 por Yoneda y Horiuchi y desarrollado por Aiginger y WOBRAUSCHEK. Se permite un análisis químico instrumental, simultánea y multielemental a través de la medición de las intensidades de característica haz de rayos X a una suficientemente pequeño ángulo (denominado ángulo crítico de reflexión total), en la superficie plana del soporte y totalmente utilizado en la excitación de los elementos de la muestra, produciendo característica de rayos X y no Rayleigh o efecto de dispersión Compton.

En consecuencia, se obtiene un espectro con bajas intensidades de los picos de dispersión coherentes e incoherentes procedentes de la fuente de excitación. Además, una reducción del área de la continua bajo los picos característicos se produce elevando considerablemente la relación de pico-fondo, por lo tanto, lo que lleva a una consiguiente reducción de los límites de detección. Otra característica de muestras líquidas (en μL) o masas pequeñas (en μg) de muestras sólidas después de la digestión química, siendo, por lo tanto, adecuado para el análisis de elementos traza principalmente en las muestras de control del medio ambiente y fluidos biológicos, y control de calidad de alta pureza productos.

Debido a la forma en que se prepara, la muestra que se deposita sobre el soporte tiene un grosor muy reducido y la absorción afecta y refuerzo puede ser despreciado. Con esto, la cuantificación de los elementos químicos puede hacerse mediante el empleo de la ecuación 1, porque la muestra se podría considerar como película delgada:

$$I_i = s_i C_i$$

Donde I representa la intensidad (cps) de K o L característico de rayos X del elemento de interés i , C representa la concentración (ppm o $\mu\text{g} / \text{ml}$) y s es la sensibilidad del sistema (cps / ppm) para este elemento.

Con las intensidades de rayos X característicos obtenidos a través de las muestras patrón, R_i intensidades relativas se calcularon mediante la ecuación . Hay que destacar que las intensidades relativas R_i no son sólo el radio entre las intensidades del elemento y la del estándar interno, pero la concentración del patrón interno debe ser tomada en cuenta. En otras palabras, a partir de la ecuación 1, podemos escribir:

$$\frac{I_i}{I_Y} = \frac{s_i}{s_Y} * \frac{C_i}{C_Y}$$

o

$$\frac{I_i}{I_Y} * C_Y = \frac{S_i}{S_Y} * C_i$$

se tiene

$$R_i = \frac{I_i}{I_Y} * C_Y$$

$$S_i = \frac{S_i}{S_Y}$$

El resultado es:

$$R_i = S_i * C_i$$

Donde C_i es la intensidad y la concentración del elemento i en la muestra; I_Y y C_Y = intensidad y la concentración del estándar interno Y en la muestra; S_i = sensibilidad del sistema para el elemento i ; S_Y = sensibilidad del sistema para el estándar interno Y ; R_i = intensidad relativa para el elemento i ; y S_i = sensibilidad relativa (adimensional) del sistema para el elemento i .

Sensibilidades relativas elementales

A través de las concentraciones de elementos C_i y las intensidades relativas R_i , regresiones lineales mostraron se obtuvieron para cada elemento. Las sensibilidades elementales relativas son calculadas a través de un ajuste de curvas por medio de una regresión lineal.

2.3. Los límites de detección

Los límites de detección se calcularon utilizando la ecuación Lodi 5 durante un tiempo de análisis de 1000 s y los valores obtenidos se muestran en la Figura 2. Para ello, las intensidades de los antecedentes I_i (BG), es decir, las áreas bajo los picos de los elementos de interés se obtuvieron en los ajustes de los espectros de la axila software, el I_Y intensidad para el elemento Y que obtiene con la concentración de 8,33 ppm.

$$LOD_i = 3 \sqrt{\frac{I_i(BG)n}{t} \frac{C_Y}{I_Y S_i}}$$

Hay que observar que se utilizaron alícuotas de 5 μL para el cálculo de los límites de detección. Estos valores pueden ser todavía más pequeños. Por lo tanto, si utilizamos alícuotas de 50 μL de muestras acuosas, LOD sería a los 18, 9, 7 y 6 ppb para los elementos Cr, Fe, Cu y Zn, respectivamente, analizadas a través de rayos X característicos Ka, y 7 ppb para Pb, analizar a través de rayos X característicos L α . En cuanto a las muestras sólidas, tales como el suelo, sedimentos, tejidos biológicos, etc., si los ponemos a través de una digestión química anterior de 10 mg de la muestra, completó el volumen a 1 ml, y más tarde usado 50 μL en el análisis, LOD estaría en 1,8, 0,9, 0,7, 0,6 y 0,7 ppm para esos elementos. Otro campo de aplicación de TXRF sería en el estudio de la contaminación ambiente de aire, y en este caso, que tendría la digestión de los filtros, la terminación volumen a 1 ml y sería también utilizar 50 mililitros en el análisis, la LOD haría estar a 1,8, 0,9, 0,7, 0,6 y 0,7 ng / m³, para un volumen de recogida de aire de 10 m³.

En un espectro de pulsos de rayos X se puede observar una línea aproximadamente continúa sobre los picos característicos de los elementos que componen la muestra. Esta línea resulta principalmente de las interacciones de las radiaciones dispersas por la muestra con el detector, y también de las propias radiaciones características emitidas por los elementos. Así, en cada pico en el espectro de pulsos hay una área debida en parte a la intensidad de los rayos X característicos (denominada intensidad líquida) de un elemento i y en parte al *continuum* o *background* (BG) en aquella región i .

De esta forma, los límites de detección para la técnica de TXRF son bien menores que aquellos de la fluorescencia convencional EDXRF, debido principalmente a tres factores: **(1)** baja intensidad del *continuum*, debido a la reducida transferencia de energía al soporte de la muestra en relación a la EDXRF, **(2)** el flujo de la radiación primaria disponible para la excitación de la muestra, debido al haz

reflejado, es mucho más efectivo que en la XRF y **(3)** la distancia entre la muestra (filme fino) y el detector de Si es mucho menor que en la EDXRF, y por tanto por tanto la eficiencia de detección de los rayos X característicos es mayor.

Estos dos últimos factores hace con que la sensibilidad elemental tenga valores superiores aquellos de la EDXRF, y juntamente con *continuum* inferiores, resulta en límites de detección más satisfactorios para la TXRF.

La Figura 2 muestra los límites mínimos de detección en función del número atómico para soluciones puras mono-elementales, utilizando tubos de rayos X con ánodos de Mo y W. Se puede notar que un gran número de elementos químicos tienen un límite de detección del orden de 10 pg, correspondiendo a una concentración mínima detectable de 0,2 ng/ml o 0,2 ppb, para muestras líquidas, si son analizados 50 μ l, o entonces 0,2 μ g/g o 0,2 ppm en muestras sólidas, se fueran digeridas 10 mg y el volumen completado a 10 ml.

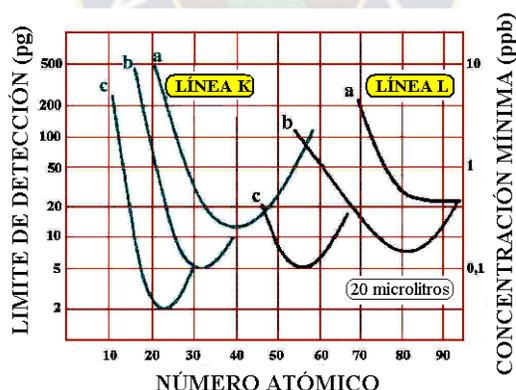


Figura 2 Límites de detección (pg) y concentración mínima detecta el (ppb) en función del número atómico de los elementos químicos, detectados por sus líneas K o L características, utilizando diferentes modos de excitación: **(a)** rayos X L del W, 25 kV, filtro de Cu; **(b)** rayos X $K\alpha$ del Mo, 60 kV, filtro de Mo, filtro cortador a

20 keV; **(c)** radiación de frenamiento del W, 60 kV, filtro de Ni y filtro cortador a 35 keV

El límite de detección para los elementos de número atómico menores a 13 (Al) es afectado por el bajo rendimiento de fluorescencia y otras limitaciones muy bien conocidas en energía dispersiva, como bajo valor para el efecto fotoeléctrico, absorción de los rayos X característicos por la ventana de Be y por el aire entre la muestra y el detector. Trabajando en vacío y con detector sin ventana de Be, algunos autores han obtenidos límites de detección de 10 ng para O y 0,8 ng para Mg.

Los límites para estos elementos tornarse todavía más crítico cuando se utiliza soporte de cuarzo (SiO_2) en la TXRF, pues este soporte produce el pico del Si y prácticamente impide la determinación de los elementos por debajo del Al. Para muestras en que se desea determinar la concentración de Mg, Al y Si es más recomendable la utilización de soporte de Ge, plástico acrílico, *carbonglassy* o nitrato de boro, debido a la ausencia del pico interferente de Si.

En la Figura 2 se puede observar no obstante que un tubo de rayos X de Mo puede ser utilizado para excitar las líneas características K hasta el elemento $_{39}\text{Y}$. Sin embargo, en pesquisas agropecuarias, agroindustriales y ambientales, es relevante el análisis de los elementos $_{40}\text{Zr}$, $_{41}\text{Nb}$ y $_{42}\text{Mo}$, y de ese modo sería aconsejable la adquisición de un tubo con ánodo de W, que permitiría inclusive el análisis de los elementos $_{48}\text{Cd}$, $_{50}\text{Sn}$, $_{51}\text{Sb}$, $_{53}\text{I}$, $_{55}\text{Cs}$ y $_{56}\text{Ba}$, a través de la excitación con la radiación de frenamiento (curva c: línea K), operando en 60 kV, filtro de Ni y filtro cortador a 35 keV).

2.4. Parámetros físicos de la calidad del agua

Son los que definen las características del agua que responden a los sentidos de la vista, del tacto, gusto y olfato como pueden ser los sólidos suspendidos, turbiedad

2.5. Parámetros químicos de la calidad del agua

Si bien el agua es llamada el solvente universal y los parámetros químicos están relacionados con la capacidad del agua para disolver diversas sustancias entre las que podemos mencionar a los sólidos disueltos totales, alcalinidad, dureza, fluoruros, metales. Materias orgánicas y nutrientes.

2.6. Parámetros biológicos de la calidad del agua

El agua es un medio donde literalmente miles de especies biológicas habitan y llevan a cabo su ciclo vital. El Rango de los organismos acuáticos en tamaño y complejidad va desde el muy pequeño o unicelular hasta el pez de mayor tamaño y estos miembros de la comunidad biológica son en algún sentido parámetros de la calidad del agua, dado que su presencia o ausencia pueden indicar la situación en que se encuentra un cuerpo de agua. Por ejemplo si en algún río donde la presencia de algún pez como la carpa o trucha sirven de parámetro sobre el estado de ese cuerpo de agua. Un cuerpo de agua con una gran cantidad de especies en proporción balanceada se puede considerar como un sistema saludable.

2.7. Parámetros fisicoquímicos de aguas

2.7.1. Conductividad eléctrica

La conductividad es la medida de la capacidad del agua para conducir la corriente eléctrica. Este parámetro depende de la concentración total de 12

Sustancias iónicas disueltas en el agua y la temperatura a la cual se hace la medida. El agua destilada fresca tiene $0.05 \mu\text{S}/\text{cm}$ y su conductividad se incrementa después de varias semanas de almacenamiento entre 0.2 y $0.4 \mu\text{S}/\text{cm}$. Esto se debe principalmente por la absorción de dióxido de carbono y en menor cantidad, por amoníaco. En estudios de monitoreo continuo, esta determinación puede mostrar rápidamente las variaciones de la concentración de los sólidos disueltos en una corriente de agua o aguas residuales.

2.7.2. pH

El pH es una medida del grado de acidez o de alcalinidad de un agua. La escala de unidades de pH va desde 0 (muy ácido) hasta 14 (muy básico) teniendo en el valor medio de 7 unidades el punto neutro a 25°C de temperatura. El pH se define como el logaritmo negativo de la concentración de ion hidrógeno. La mayoría de las aguas naturales tienen un pH entre 4 y 9, aunque muchas de ellas tienen un pH ligeramente básico debido a la presencia de carbonatos y bicarbonatos. Un pH muy ácido o muy alcalino, puede ser indicio de una contaminación industrial.

La medición del pH es uno de los parámetros más utilizados en el análisis de agua. La importancia de esta determinación radica en que un agua residual ácida (pH menor que 7 unidades) tiende a ser muy corrosiva, o sea tiende a atacar químicamente tanto los sistemas de distribución como los órganos de las plantas de tratamiento y un agua residual básica (pH mayor que 7 unidades) tiende a ser incrustante, o sea a provocar incrustaciones tanto en los sistemas de distribución como en los órganos de las plantas de tratamiento.

Es importante evitar descargar aguas con pH muy diferente de 7. Desgraciadamente, la eutrofización de un cuerpo de agua genera variaciones externas de pH que tienen un efecto negativo sobre muchas especies acuáticas.

2.7.3 .Demanda biológica de oxígeno

Demanda bioquímica de oxígeno (DBO) es una prueba empírica que se realiza para conocer la cantidad de oxígeno necesaria para estabilizar (oxidar) por la vía biológica (mediante la actividad de los microorganismos) la materia orgánica presente en un agua, ya sea natural, contaminada ó residual. Se conoce que al ser descargada una cantidad determinada de materia orgánica (ya sea un residuo doméstico, industrial o pecuario), en un agua, (ya sea que el agua reciba directamente el residuo para convertirse luego en un agua servida, ó que el agua servida ó agua residual industrial o pecuaria sea descargada a un río, lago ó embalse) ocurre un proceso que consiste en que tanto los microorganismos que acompañan los residuos como los existentes en el agua, se alimentan, crecen y reproducen, a partir de esos residuos orgánicos. Para ello necesitan determinada cantidad de oxígeno que por tanto "consumen", "gastan", y ese consumo constituye una demanda que es precisamente la demanda bioquímica de oxígeno, DBO. La prueba se usa ampliamente para evaluar la carga orgánica que se vierte a una corriente y para evaluar la eficiencia de las plantas de tratamiento en la remoción de esta carga.

2.7.4. Alcalinidad

La alcalinidad en el agua es la medida de la capacidad de neutralizar los ácidos y se debe principalmente a sales de ácidos débiles o bases fuertes; estas sustancias actúan como amortiguadores para resistir la caída de pH, resultante de la adición de ácidos. Debido a que depende principalmente del contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, la alcalinidad sirve para medir la presencia de estos constituyentes. Una de las características más sobresalientes de las aguas residuales domésticas, es su contenido ácido o alcalino que es regulado o amortiguado por el sistema dióxido de carbono (CO_2)-bicarbonato (HCO_3). La medida de este parámetro en ambientes acuáticos tiene especial interés por que permite medir del desplazamiento del equilibrio del sistema carbonatado H_2CO_3 , HCO_3^- , debido al cambio en la concentración de CO_2 y H^+ ocasionados por

respiración bacteriana, fotosíntesis de las algas, transferencia de dióxido de carbono del aire a la base líquida y la oxidación de compuestos orgánicos solubles. Las variaciones se deben principalmente a la actividad fotosintética de las algas. Si el CO₂ producido por las bacterias no satisface los requerimientos de las algas durante el día, estas extraen el CO₂ de los bicarbonatos y carbonatos ocasionando un incremento en el pH de acuerdo a las siguientes reacciones de equilibrio del sistema carbonato:



2.7.5. Turbidez

La turbidez en el agua es causada por la presencia de materia suspendida como arcilla, arena, materia orgánica finamente dividida, algas microscópicas y otros organismos microscópicos. La turbidez expresa la propiedad que tiene una muestra de desviar la luz de su recorrido en línea recta. Esta desviación de la luz es el resultado del "choque" de los rayos de luz que viajan en línea recta con las partículas suspendidas. A mayor cantidad de estas partículas suspendidas mayor turbiedad.

2.7.6. Sólidos totales

“Residuo total” es el término aplicado al material dejado en el plato de porcelana después de evaporar la muestra y el subsiguiente secado en una estufa a una temperatura definida. Residuo total incluye el “Residuo filtrable”, la porción del residuo total que pasa a través del filtro.

Los términos usados anteriormente de “suspendidos” y “Disueltos” corresponden a no filtrable y filtrable, respectivamente. La Naturaleza física y química del materia en suspensión, el tamaño de poro del filtro, el área y el espesor del filtro y la cantidad y estado físico de los materiales depositados en él son los principales factores que afectan la separación del residuo no filtrable y filtrable. Un método diseñado para el control de todas las variables que afectan la filtración sería demasiado engorroso para uso práctico. Se conoce que las determinaciones del

residuo no están sujetas a los criterios usuales de precisión. Los diferentes tipos de residuo se definen arbitrariamente por los métodos usados para su determinación.



Capítulo 3

Materiales y métodos

3.1. Equipo de FRXT

El equipo de fluorescencia de rayos X empleado para realizar las irradiaciones de las distintas muestras y soluciones estándar es el generador Rx ITAL STRUCTURES modelo COMPACT 3K5 (Fig. 3) que se encuentra en las instalaciones de IBTEN-CIAN Viacha donde para las distintas irradiaciones se utilizaron los valores operativos de 20 mA de corriente y 40 kV de voltaje con una lámpara de molibdeno (Mo).

El detector presenta una ventana de berilio el cual no debe ser sometido a fuerzas mecánicas ya que dañaría el detector la marca del detector es KETER SN 0250 de 10 mm.

Por otra parte el sistema de refrigeración de agua des ionizada es de la marca COSMOTREC Industrial Colling el cual se observa en la Fig.5 , el equipo debe ser refrigerado ya que el 99,9 % de la energía generada se disipa en forma de calor y la restante en rayos X.

El lugar donde ingresa las muestras a analizar está compuesta con una sección de la primera tarjeta de medición dentro del equipo la misma que es accionada por un botón que se encuentra en el equipo. El lugar donde ingresara las muestras esta además acompañada de un reflector de cuarzo (SiO_2) de 30 mm de diámetro y 3.5 mm de espesor que se introduce en la sección ya mencionada. Solo es necesario una alícuota de 5 μL de muestra para que sea depositado en este reflector, de esta manera pueda obtenerse los espectros.

Para que pueda determinarse los distintos tipos de espectros está presente además un multicanal MCA acoplado al detector de la marca KETER modelo

4KACD 056V, y posteriormente llegara al equipo para que puedan registrarse de esta manera los distintos espectros.



Figura 3. Equipo de fluorescencia de Rayos X Rx ITAL STRUCTURES modelo COMPACT 3K5



Figura 4. Control del voltaje y corriente del equipo de fluorescencia de rayos X



Figura 5. Lámpara de Mo con blanco de W



Figura 6. Sistema de refrigeración COSMOTREC Industrial Colling

3.2. Toma de muestras Líquidas

La toma de las muestras se la realizo en el municipio de Viacha, estas muestras son de agua subterráneas y superficiales, las mismas que fueron muestreadas con cuidado de no contaminarlas.

Para iniciar se localizaron los lugares donde existen pozos acuíferos, estos pozos se encuentran dentro del municipio de Viacha y en algunos puntos en lugares adyacentes al municipio. El municipio de Viacha apoyo con el transporte para

llegar al lugar del muestreo, dentro del equipo de campo que se llevo a la campaña de campaña de muestreo podemos indicar los siguientes materiales y reactivos:

- Recipientes herméticos para muestreo de aguas
- Ph-metro
- Localizador GPS
- Termómetro
- Electroodos de referencia
- Acido nítrico concentrado
- Turbimetro
- Block de notas

Como primer paso se descargó el equipo de muestreo exactamente donde se realizara la toma de muestras de aguas, el recipiente hermético deberá estar totalmente limpio, además para realizar el muestreo se llevó en otro recipiente agua des ionizada el cual será el blanco viajero e indicara si existió contaminación durante el muestro de las aguas. Para la toma de muestras de agua se tomó el recipiente y se sumergió en el agua, en el caso de que fuera un caudal se lo introdujera a contra corriente, se enjuago el recipiente varias veces como mínimo 3 y recién se tomó las muestras.



Figura 7. Muestreo de aguas en el municipio de Viacha

Los parámetros de muestreo se muestran a continuación en las siguientes tablas 1, 2, 3; para cada punto de muestreo se considera como datos referenciales procedencia de las aguas, la latitud, longitud y altura el mismo que se puede observar en el figura 10 de la región de muestreo.

Tabla 1. Coordenadas de muestras de aguas superficiales

Código de campo	Acuífero	Latitud	Longitud	Altitud	Tipo
Vch-191	Viacha	566521	8135326	4060	Excavado
Vch-181	Viacha	563311	8137747	4064	Manantial
R-1	Rio	561454	8140266	3978	Rio
Vch-184	Viacha	559567	8145365	4012	Manantial
Vch-186	Viacha	563852	8148813	3950	Excavado
Vch-257	Viacha	563918	8155949	3863	Excavado
Vch-A3	Viacha	579395	8141768	3878	Excavado
Vch-173	Viacha	575460	8134658	3929	Excavado
Vch-144	Viacha	583842	8159975	3898	Excavado
Vch-146	Viacha	587642	8155384	3945	Excavado
Vch-210	Viacha	580146	8154544	3856	Excavado
Vch-A5	Viacha	588025	8155206	3968	Galería filtrante
Vch-A6	Viacha	588620	8150343	3962	Galería filtrante

Tabla 2. Coordenadas de muestras de aguas subterráneas (semi confinado)

Código de campo	Acuífero	Latitud	Longitud	Altitud	Tipo
Vch-233	Purapurani	572527	8165002	3869	Perforado
Vch-105	Viacha	566759	8153458	3858	Perforado
Vch-A2	Viacha	579582	8146394	3870	Perforado
Vch-A4	Viacha	584535	8145978	3894	Perforado
Vch-135	Viacha	580497	8141224	3892	Perforado
Vch-175	Viacha	570778	8145207	3892	Perforado
Vch-79	Purapurani	581020	8159005	3870	Perforado
Vch-37	Viacha	584173	8159953	3900	Perforado
Vch-76	Viacha	584615	8149072	3902	Perforado
Vch-A7	Viacha	587932	8145386	3932	Perforado

Vch-A8	Viacha	577366	8157621	3876	Perforado
Vch-117	Purapurani	581919	8161591	3886	Perforado
Vch-A9	Purapurani	573359	8162278	3868	Perforado

Tabla 3. Coordenadas de muestras de aguas subterráneas (confinado)

Código de campo	Acuífero	Latitud	Longitud	Altitud	Tipo
Vch-107	Viacha	565956	8158135	3856	Surgente
Vch-126	Viacha	578375	8149507	3956	Surgente
Vch-174	Viacha	574714	8138793	3911	Surgente
Vch-A1	Viacha	571793	8146222	3871	Surgente
Vch-130	Viacha	588031	8155256	3956	Surgente
Vch-111	Viacha	569841	8163065	3849	Surgente
Vch-114	Viacha	578277	8153452	3856	Surgente
Vch-115	Viacha	575690	8157417	3855	Surgente

Los sectores en los cuales se muestran los datos son sectores del municipio de Viacha las mismas que forman parte de la reserva acuífera de la región.

En los datos que se observan en la anterior tabla se muestran las latitudes y longitudes exactas en las que fueron tomadas las muestras



Figura 8. Toma de coordenadas de muestreo

Posteriormente a esto se procedió a realizar la medición de los tomar los parámetros in situ de las muestras como ser pH, turbidez, oxígeno disuelto, potencial de electrodo, salinidad y electro-conductividad.



Figura 9. Toma de parámetros fisicoquímicos del muestreo

Con estos datos se corroboran los distintos vales fisicoquímicos de las muestras

Los datos de nuestro se muestran en las siguientes tablas 4, 5 y 6:

Tabla 4. Mediciones fisicoquímicas de las aguas superficiales

Código de campo	Conductividad Eléctrica [$\mu\text{s-cm}$]	Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	pH	Oxígeno disuelto [mg/L]	Turbidez [NTS]	Salinidad [%]	Potencial electrodo [mV]	Potencial Red-Ox [ohm/cm]
Vch-191	284	11,8	7,96	6,66		0,00	-83,10	3510,00
Vch-181	458	15,4	7,85	5,37		0,10	-75,20	2210,00
R-1	1968	19,4	8,64	6,29		1,00	-120,90	508,00
Vch-184	650	11,8	7,89	5,40		0,20	-75,00	1547,00
Vch-186	726	13,1	7,7	6,03		0,30	-64,80	1374,00
Vch-257	460	11,7	7,77	6,58		0,10	-68,40	2170,00
Vch-A3	560	12,6	8,37	6,09	0,17	0,20	-101,90	1752,00
Vch-173	149,3	12,3	7,71	5,81	7,10	0,00	-64,60	6680,00
Vch-144	372	12	7,78	6,71	14,30	0,10	-43,80	2680,00
Vch-146	514	14,1	7,68	6,10	1,83	0,20	-38,50	1953,00
Vch-210	300	12,8	7,83	5,37		0,00	-46,60	3370,00
Vch-A5	308	12,7	9,86	6,26	1,58	0,10	-163,80	3250,00
Vch-A6	220	12,4	7,83	5,67		0,00	-47,40	4550,00
Vch-210	300	12,8	7,83	5,37		0,00	-46,60	3370,00

Tabla 5. Mediciones fisicoquímicas de las aguas subterráneas (semiconfinado)

Código de campo	Conductividad Eléctrica [$\mu\text{s-cm}$]	Temperatura [$^{\circ}\text{C}$]	pH	Oxígeno disuelto [mg/L]	Turbidez [NTS]	Salinidad [%]	Potencial electrodo [mV]	Potencial Red-Ox [ohm/cm]
Vch-105	1003	13,7	7,51	6,21		0,40	-57,40	1002,00
Vch-A2	236	14,4	8,24	5,83	0,37	0,00	-93,50	4230,00
Vch-A4	214	14,6	8,1	6,12	4,30	0,00	-88,20	4,66 Mohm
Vch-135	598	16,2	7,88	4,26	7,30	0,20	-74,90	1694,00
Vch-175	682	14,6	7,68	5,16	3,57	0,30	-63,70	1462,00
Vch-79	95,6	14,6	8,07	6,18	0,10	0,00	-62,90	10410,00
Vch-37	316	16,2	7,99	5,75	0,87	0,10	-55,50	3190,00
Vch-76	183,8	14,8	8,24	6,26		0,00	-690,00	5470,00
Vch-A7	357	13,7	7,67	6,07		0,10	-37,90	2780,00
Vch-233	228	15,1	8,12	5,68		0,00	-62,10	4370,00
Vch-A8	110,9	12,9	8,34	5,30		0,00	-78,00	9050,00
Vch-117	124,8	15,3	7,94	5,81	0,39	0,00	-54,70	7990,00
Vch-A9	212	16	7,96	5,71	0,30	0,00	-65,80	4710,00

Tablas 6. Mediciones de fisicoquímicas de las aguas subterráneas (confinado)

Código de campo	Conductividad Eléctrica [μ -cm]	Temperatura [°C]	pH	Oxígeno disuelto [mg/L]	Turbidez [NTS]	Salinidad [%]	Potencial electrodo [mV]	Potencial Red-Ox [ohm/cm]
Vch-107	1026	12,1	7,48	6,30		0,40	-55,80	975,00
Vch-126	289	12,7	8,35	6,51	0,40	0,00	101,60	3450,00
Vch-174	291	14,7	7,35	4,94	0,15	0,00	-41,90	3410,00
Vch-A1	826	13,5	8,06	5,15	0,14	0,30	-85,20	1217,00
Vch-130	227	12,7	8,18	5,83		0,00	-71,60	4400,00
Vch-114	222	12,6	8,48	6,25		0,00	-84,50	4520,00
Vch-111	2430	14,2	7,96	4,52	0,13	1,20	-55,00	410,00
Vch-115	175,9	13,2	8,76	6,63		0,00	-98,40	5710,00

El mapa geográfico referencial de los puntos de muestreo se muestra en la figura 10, el mismo que permitirá identificar, en caso de existir, fuentes de contaminación proveniente de alguna actividad industrial.



En el laboratorio se extraen 3 mL de muestra y se colocan en un tubo graduado con mucho cuidado de no contaminar la muestra. Se rotulo el tubo graduado y se lo almaceno.



Figura 11. Preparación de la muestras

Por otra parte se preparó 100 mL de una solución de Galio 1000 ppm a partir de óxido de galio una cantidad de. El óxido de galio pesado cuidadosamente se lo introduce en un vaso de precipitado y se agregó 10 mL de ácido clorhídrico la misma que ayudara para disolver el óxido de galio y luego se aforo la solución de óxido de galio y se observándose que no existía ningún tipo de precipitado. Dentro del matraz.

Se agregó 15 μ L de la solución de galio a las muestras y se las llevó al Vortex (VELP-CIENTIFICA 2X3) para que la muestra con el galio formar una solución homogénea, con mucho cuidado se presionó él tubo graduado en el Vortex y se hizo girar a una frecuencia de 30 Hz y se retiró él tubo graduado. Posteriormente a la homogenización se observó que no exista ningún precipitado en la solución resultante y se procedió a cubrir con para-film el tubo graduado con la muestra.

La solución de galio entra como parámetro estándar en la muestra, esto permitirá cuantificar los distintos cationes posteriormente.

3.4. Irradiación y registración de las muestras por el equipo y el programa MCA

Para la irradiación de las muestras se debe considerar distintos aspectos técnicos a la hora de utilizar el equipo de FRX-RT. Es necesario seguir un protocolo adecuado para tener el equipo funcionando adecuadamente. Se realizó los siguientes pasos:

1. Encender el generador y estabilizador ubicado en la planta baja del edificio.
2. Posteriormente subir la palanca con el fin de suministrar energía eléctrica estabilizada a todo en laboratorio.
3. Luego encender el equipo de refrigeración del equipo y esperar hasta que marque un valor aceptable para el funcionamiento del equipo.
4. Posteriormente encender el equipo a partir de la llave MAINS con un leve giro en sentido de la agujas del reloj.
5. Luego apretar el botón XR/ON
6. Luego ir subiendo el voltaje gradualmente de 5 en 5 kV en periodos de tiempo cortos (tener cuidado al llegar a 7.9kV) hasta llegar a 40 kV
7. Cuando el voltaje alcanza los 25kV subir la corriente de 5 en 5 mA hasta llegar a 20 mA

Una vez que el equipo se encuentra en funcionamiento se procedió a preparar las muestras para su medición. Los pasos que se siguieron son los siguientes:

1. Sumergir los reflectores de cuarzo en la solución de ácido nítrico al 10 % en un tiempo de 24 horas
2. Extraer con una pinza el reflector y enjuagarlo con mucha agua destilada y frotarlo de con la yema de los dedos con fuerza moderada.
3. Agregar detergente XTRAM al 10 % y de la misma forma realizar el anterior paso
4. Lavar con agua desionizada eliminando el detergente
5. Posteriormente lavar con bastante agua 18

6. Para colocar las muestras agregar 100 μL en la parte central del reflector con mucho cuidado
7. Llevar a la lámpara infrarroja para que la muestra quede seca
8. Dejar enfriar a temperatura ambiente
9. Irradiar la muestra

Mediciones por el programa MCA

Una vez obtenido las muestras se procede a llevar al equipo los reflectores de cuarzo con las respectivas muestras las mismas que serán irradiadas con el equipo, los datos y los espectros serán almacenados con el programa MCA de la computadora bajo los siguientes pasos:

1. Encender la Computadora
2. Ir a MCA programa de la computadora
3. Calibrar -> open -> un espectro al azar ->Options ->Calibration
4. En el equipo verificar que el botón de encendido de la lámpara no este encendido por precaución.
5. Colocar la muestra con cuidado
6. Apretar el encendido de la lámpara en el equipo
7. En la computadora apretar la opción estar de la barra de herramientas y colocar la opción de aceptar
8. Esperar el tiempo adecuado
9. Apretar NO en la opción que aparece al final del barrido
10. Guardar el espectro con el código
11. Cambiar de muestra

Como se observa el control de los distintos picos para su cuantificación requiere una secuencia de pasos para poder obtener los resultados de los distintos picos, el patrón interno que es el galio es importante para su control en relación con los otros analitos.

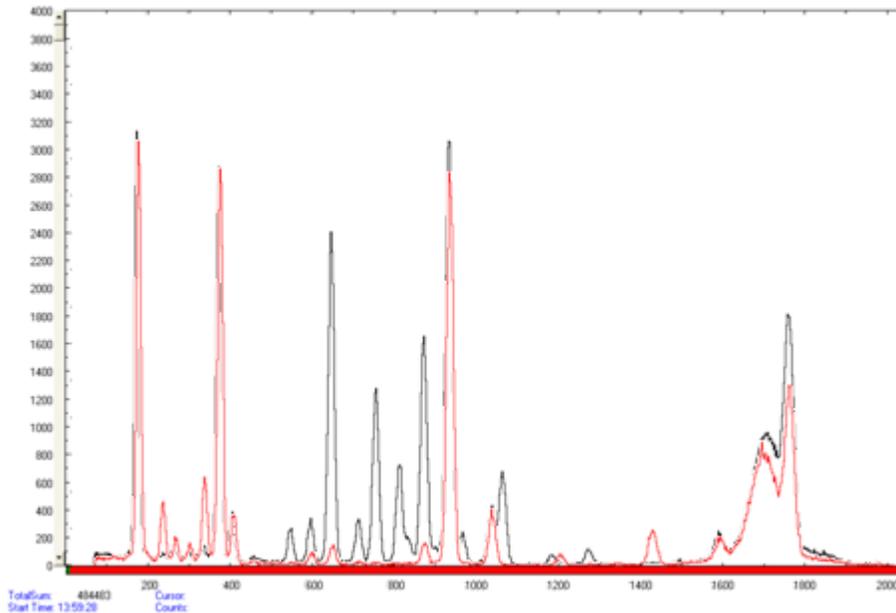


Grafico 1. Espectro del material de referencia ARCAL 1010-2 color negro

Espectro de la muestra VCH-144 color rojo

Cuantificación de las concentraciones de las distintas muestras desconocidas

Para la cuantificación de las muestras desconocidas es necesario tener una curva de calibración o un patrón de referencia el cual este presente dentro de la muestra los cationes a analizar, el método de fluorescencia de rayos x permite que durante la irradiación se revelen los espectros y sus distintos canales con las cuentas el cual nos indica desde un comienzo que elementos pueden encontrarse en la muestra.

La cuantificación se debe realizar integrando los distintos picos en el espectro por lo que para este paso utilizaremos el programa AXIL. Este programa integrara los picos de las muestras y las cuantificara teniendo como control el patrón de referencia galio. El galio se utiliza en este caso como patrón interno ya que en las distintas muestras no se encuentra este elemento dado que la misma será de gran ayuda para la cuantificación.

A través de la curva de calibración construida con las soluciones multielemental se introducirán los datos de la integral en la computadora teniendo así los resultados de las concentraciones. Para esto se siguió los siguientes pasos:

1. Se ingresó al programa AXIL ubicado en el escritorio de la computadora.
2. Se introdujo la carpeta de destino una vez abierta el programa.
3. Se fue a la opción *TXRF and thingSamplesy* se pulso la tecla **enter**
4. Posteriormente a eso se va a la opción *Quantitativeanalysis of unknownsamples* y se observó que aparecen otras opciones.
5. Se seleccionó *analyseUnknownSample*
6. Una vez en la opción se seleccionó las distintas muestras y se pulso **Esc.**
7. Se llenó los parámetros con los cuales fueron medidos los espectros y se seleccionó el patrón interno con su respectiva concentración.
8. Se presionó la tecla **Esc.** Y de inmediato se mostró una tabla donde muestra los conteos y las concentraciones respectivas.
9. Se anotó en el cuaderno de laboratorio las concentraciones de los distintos cationes que fueron cuantificados.
10. Se presionó la tecla **Esc.** y se procedió con la cuantificación de las otras muestras siguiendo los pasos anteriores.

De esta manera se calcularon la concentración de los distintos cationes en las muestras y se observó que la gran mayoría no presenta elevadas concentraciones de los cationes presentes.

Por otra parte dentro de la metodología es necesario corroborar los datos realizando un barrido con un patrón de referencia, esta debe tener una procedencia similar, con la gran diferencia que esta ya tiene las concentraciones medidas y definidas con una industria o laboratorio certificado en este caso para la irradiación de muestras de referencia se encuentra el ARCAL RLA 1010/2 el cual son patrones de resultados de análisis de muestras de agua subterráneas.

Una vez obtenidos las cuantificaciones de las muestras y del patrón de referencia se procede a la comparación de los resultados experimentales y teóricos de los patrones de referencia



Capítulo 4

Calibración del sistema FRX-RT

4.1. Lámpara de Molibdeno

La calibración del módulo de reflexión total se lleva a cabo con el fin de obtener la mejor configuración geométrica, provocando que la radiación de excitación para brillar en el soporte de la muestra en la condición de reflexión total. El ángulo de incidencia para la reflexión total que se produzca se llama ángulo crítico y se puede calcular por la ecuación 2, donde E representa la energía de la radiación incidente (en keV), ρ es la densidad (g / cm³), Z es el número de los electrones en un átomo o molécula y A la atomgram o mol del soporte de la muestra

$$\phi_{crit} = \frac{99.1}{E} \sqrt{\frac{\rho * Z}{A}}$$

Para el sistema utilizado, con el tubo de rayos X Mo / W (SiO₂) como soporte de la muestra, se obtiene los siguientes datos: $\rho = 2,5$ g / cm³, Z = 30 electrones / molécula, A = 60,0863 g / mol, la energía de Mo Ka rayos X radiación incidente E = 17,44 keV, abd con estos valores se calculó un ángulo crítico de 6,4 minutos, siendo este ángulo ajustado a través de los tornillos micrométricos del reflector módulo.

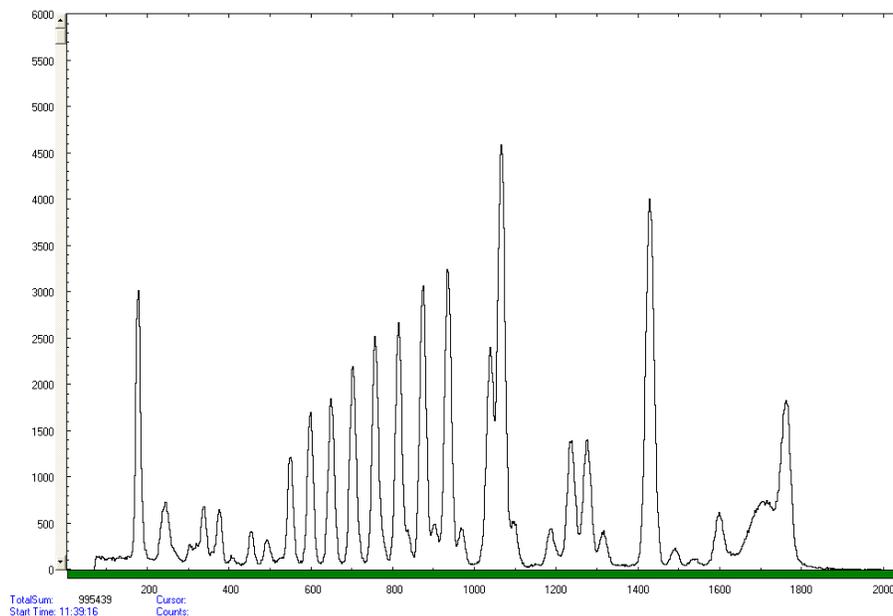


Grafico 2. Espectro de la solución multielemental de concentración 5 ppm

5.2. Las soluciones estándar

Para realizar la calibración del sistema, se preparó cinco soluciones estándar que contienen los elementos de Ag, Al, B, Ba, Bi, Ca, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Ga, In, K, Li, Mg, Mn, Na, Ni, Pb, Sr, Tl, Zn y As, se prepararon a una concentración diferente y conocida (que van de 1 a 5 ppm, aproximadamente) a partir de una solución multielemental de concentración de 1000 ppm y se añadieron de elemento Ga como estándar interno a una concentración de 5 ppm por solución estándar para eliminar los errores causados por la geometría de excitación / detección. La película delgada obtenida a partir de la muestra formada sobre el soporte de cuarzo no tiene geometría regular, y por lo tanto, la intensidad de rayos X característicos depende de la posición de la película delgada sobre el soporte. Por lo tanto, este efecto geométrico de la muestra se puede corregir mediante el cálculo de la intensidad relativa de cada elemento en relación con este estándar interno que es el galio.

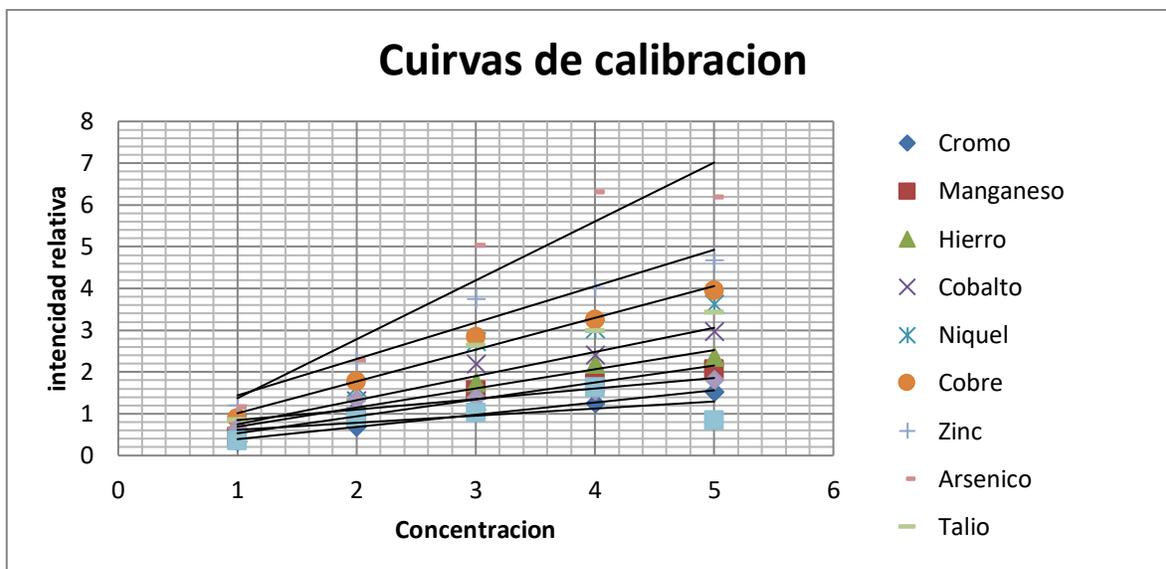


Gráfico 3. Curvas de calibración de concentración en ppm

5.3. Límites de detección

Para poder determinar los límites de detección se utilizó la ecuación mencionada en el fundamento teórico las mismas que se introdujeron al sistema de calibración del método. Este límite de detección permite que las distintas muestras puedan ser analizadas a nivel traza en sus concentraciones definidas, en la siguiente gráfico 4 se muestra los resultados de límite de detección experimental que se tuvo durante las mediciones con el método de Fluorescencia de Rayos X-Reflexión Total.

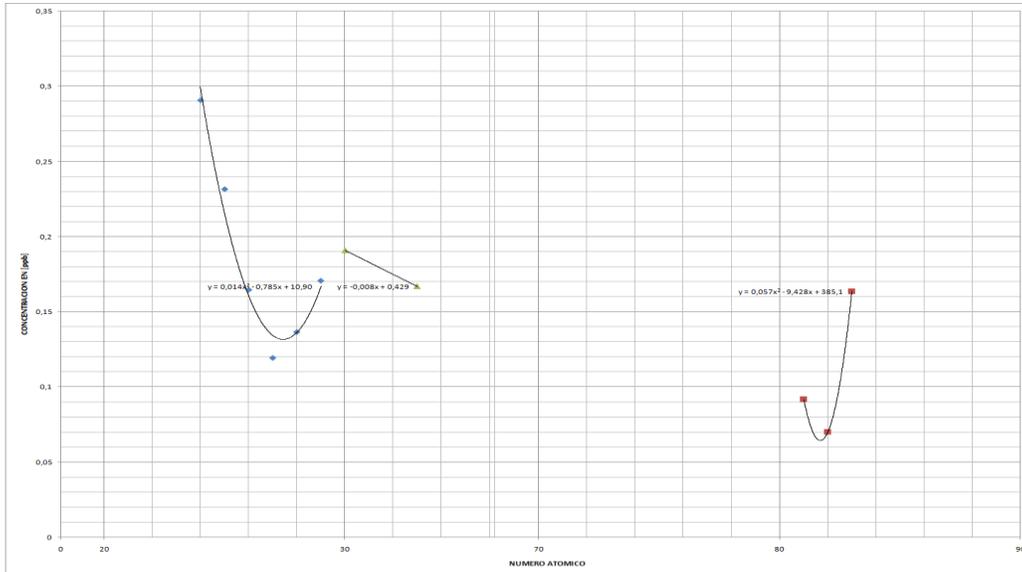


Gráfico 4. Curvas de límite de detección en muestras líquidas irradiadas durante 200s

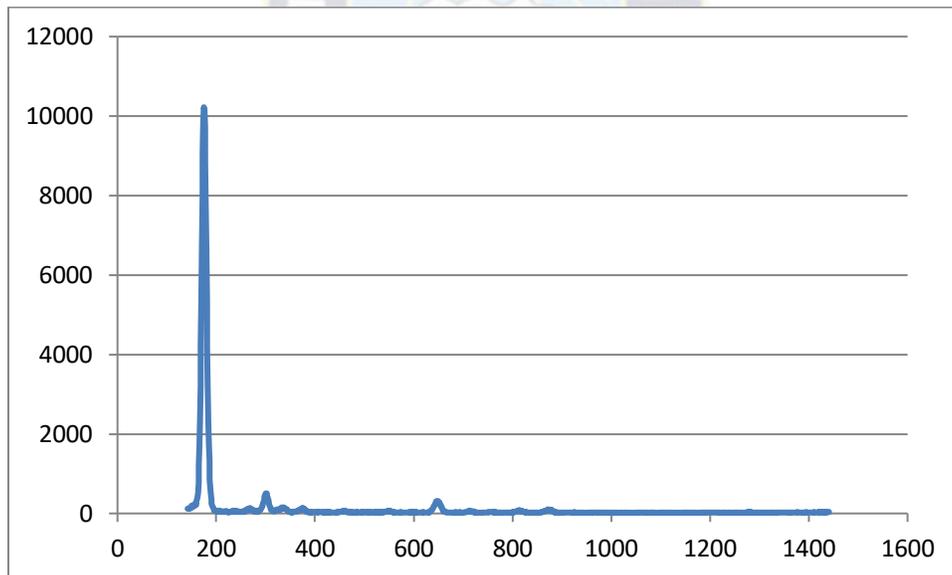


Gráfico 5. Espectro de un reflector de cuarzo limpio para realizar el (BG)_I

El (BG)_I se la calculo integrando las distintas regiones del espectro de fondo que se generó durante la medición, es necesario tomar en cuenta este parámetro para que pueda obtener un límite de detección.

Capítulo 5

Resultados

5.1. Cuantificación de las muestras

Los resultados una vez irradiada las muestras se procedieron a cuantificar cada una de estas y posteriormente se anotaron los resultados, los cationes presentes en estas aguas subterráneas y superficiales presentan muy bajas concentraciones pero se muestra a continuación las concentraciones de cada una de estas. Para que se pueda realizar estos cálculos es necesario realiza una curva de calibración el cual permitirá los resultados de concentraciones en ppm

En las dos primeras tablas se observa los blancos irradiados y cuantificados con el fin de observar si existió alguna contaminación durante el procedimiento.

Tabla 7. Cuantificación de blancos reactivos y viajeros para los cationes Cr, Mn, Fe, Co y Ni

Cationes	Cr		Mn		Fe		Co		Ni	
Muestra	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS
BL-C1	-0,098	-0,017	-0,113	-0,029	1,188	0,027	<-0,106		0,246	0,007
BL-R	-0,109	-0,03	<-0,124		0,435	0,011	<-0,119		-0,126	-0,028
BLC-3	-0,118	-0,03	<-0,122		0,109	0,006	<-0,119		-0,065	-0,004
BLV-3	-0,065	-0,002	-0,117	-0,01	0,191	0,002	<-0,130		-0,122	-0,007
BLV-1	-0,085	-0,012	-0,115	-0,023	0,489	0,014	-0,119	-0,04	-0,122	-0,023
BLV-2	-0,108	-0,005	-0,099	-0,006	0,063	0,001	-0,127	-0,02	-0,116	-0,004

Tabla 8. Cuantificación de blancos reactivos y viajeros para los cationes Cu, Mn, Zn, As, Tl, Pb y Bi

Cationes	Cu		Zn		As		Tl		Pb		Bi	
Muestra	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS	Conc. [ppm]	DS
BL-C1	-0,109	-0,014	0,007	0	<0,073		<-0,084		<-0,588		<-0,872	
BL-R	-0,124	-0,02	0,175	0,004	<0,050		<-0,074		<-0,689		<-0,880	
BLC-3	<-0,138		0,037	0,001	<0,070		<-0,078		<-0,607		<-0,862	
BLV-3	-0,131	-0,008	-0,031	0	0,056	0,001	<-0,122		<-0,836		<-0,902	
BLV-1	-0,133	-0,027	0,611	0,009	0,077	0,002	<-0,095		<-0,821		<-0,888	
BLV-2	-0,131	-0,007	0,025	0	0,046	0,001	<-0,124		<-0,839		<-0,904	

Dentro de los resultados de las aguas superficiales tenemos los siguientes resultados

Tabla 9. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas superficiales

Cationes	Muestra	R-1	VCH-144	VCH-146	VCH-173	VCH-181	VCH-184	VCH-186	VCH-191
Cr	Conc. [ppm]	0,025	0,024	0,034	0	0,038	0,051	0,027	0,034
	DS	-0,029	-0,026	-0,016		-0,024	-0,004	-0,03	-0,005
Mn	Conc. [ppm]	<-0,120	0,143	-0,129	<-0,130	<-0,118	-0,106	<-0,119	-0,119
	DS		0,006	-0,043			-0,005		-0,007
Fe	Conc. [ppm]	0,406	0,192	0,06	0,138	0,718	0,008	-0,09	0,021
	DS	0,009	0,006	0,001	0,004	0,022	0	-0,006	0
Co	Conc. [ppm]	<-0,120	<-0,121	<-0,124	<-0,124	<-0,118	-0,116	<-0,124	-0,13
	DS						-0,009		-0,03
Ni	Conc. [ppm]	0	0,014	0,005	0,059	0,008	0,021	0,007	0,012
	DS		-0,02	-0,022	-0,005	-0,036	-0,004	-0,023	-0,005
Cu	Conc. [ppm]	0,001	0	-0,003	0	0,006	0,001	0	-0,001
	DS	-0,033		-0,032	-0,033	-0,029	-0,009		-0,009
Zn	Conc. [ppm]	0,105	0,2	0,357	0	0,354	0,565	0,064	0,087
	DS	-0,004	-0,001	0,002	-0,016	0,003	0,002	-0,006	-0,001

As	Conc. [ppm]	0,055	<0,052	0,045	0,045	<0,081	0,052	<0,052	0,056
	DS	0,002		0,002	0,012		0,001		0,001
Tl	Conc. [ppm]	<-0,085	<-0,084	<-0,105	<-0,094	<-0,085	<-0,125	<-0,089	<-0,127
	DS								
Pb	Conc. [ppm]	<-0,820	<-0,679	<-0,827	<-0,731	<-0,549	<-0,836	<-0,676	<-0,837
	DS								
Bi	Concentration	<-0,883	<-0,879	<-0,890	<-0,889	<-0,874	<-0,902	<-0,879	<-0,904

Cationes	Muestra	VCH-210	VCH-210R	VCH-257	VCHA-3	VCHA-5	VCHA-5R	VCHA-6
Cr	Conc. [ppm]	0	0	0,017	0,028	0	0	0,044
	DS	0,052	0,047	-0,027	-0,022	0,005	0,004	-0,004
Mn	Conc. [ppm]	0	0,044	<-0,125	<-0,124	0,039	0,05	-0,121
	DS	0,004	0,008			0,002	0,005	-0,009
Fe	Conc. [ppm]	0,651	0,325	0,38	0,051	0,377	0,343	0,093
	DS	0,078	0,064	0,009	0,002	0,003	0,004	0,001
Co	Conc. [ppm]	0,06	0	<-0,120	<-0,120	0	0,003	<-0,130
	DS	0,003	0,005			0,008	0,001	
Ni	Conc. [ppm]	0,067	0,058	0	0,033	0	0,005	0,095
	DS	0,004	0,004		-0,01	0,001	0,001	-0,001
Cu	Conc. [ppm]	0,025	0,024	0,002	0,017	0,086	0,048	0,004
	DS	0,007	0,008	-0,031	-0,016	0,009	0,005	-0,007
Zn	Conc. [ppm]	0,349	0,518	0,051	0,163	0,087	0,016	0,259
	DS	0,009	0,001	-0,008	-0,002	0,009	0,002	0
As	Conc. [ppm]	-0,002	-0,002	<0,053	<0,066	0,085	0,083	0,052
	DS	0,008	0,001			0,002	0,004	0,001
Tl	Conc. [ppm]	<-0,022	<-0,019	<-0,095	<-0,087	<-0,043	<-0,048	<-0,124
	DS							
Pb	Conc. [ppm]	<-0,283	<-0,277	<-0,673	<-0,619	<0,267	<-0,263	<-0,837
	DS							

Bi	Concentración	<-0,490	<0,488	<-0,881	<-0,874	<0,484	<-0,483	<-0,903
	DS							

Tabla 10. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas subterráneas

Cationes	Muestra	VCH-105	VCH-117	VCH-135	VCH-175	VCH-76	VCH-79	VCHA-2	VCHA-4	VCHA-7	VCHA-8	VCHA-9
Cr	Conc. [ppm]	0,027	0,007	0	0	0,012	0,027	0,021	0,039	0,048	0,031	0,015
	DS	-0,035	-0,038		-0,019	-0,028	-0,006	-0,021	-0,012	-0,011	-0,026	-0,021
Mn	Conc. [ppm]	0,019	0	0,067	0,083	0,029	0,015	0	0	0,004	0,021	0,005
	DS	-0,029		-0,005	-0,001	-0,021	-0,007	-0,036		-0,034	-0,027	-0,031
Fe	Conc. [ppm]	1,122	-0,092	1,812	0,124	-0,013	0,168	-0,078	0,134	-0,003	0,276	0,18
	DS	0,023	-0,004	0,035	0,001	-0,001	0,002	-0,004	0,004	0	0,01	0,004
Co	Conc. [ppm]	<-0,118	-0,121	<-0,122	-0,127	<-0,124	-0,129	<-0,125	<-0,125	<-0,124	<-0,117	<-0,127
	DS		-0,033		-0,024		-0,028					
Ni	Conc. [ppm]	0,018	0	0,016	0,029	0,02	0,009	0,003	0,007	0,006	0,001	0,065
	DS	-0,013	-0,026	-0,011	-0,003	-0,01	-0,004	-0,015	-0,014	-0,018	-0,034	-0,004
Cu	Conc. [ppm]	0,023	0	-0,009	0,01	0	0,009	0,003	-0,004	0	-0,001	0,009
	DS	-0,014		-0,041	-0,005		-0,005	-0,016	-0,032	-0,02	-0,042	-0,012
Zn	Conc. [ppm]	0,095	3,296	-0,013	0,654	0,02	0,313	0,267	-0,113	0,028	0,193	0,011
	DS	0,002	0,02	0	0,004	0	0,002	0,005	-0,003	0,001	0,004	0
As	Conc. [ppm]	<0,066	<0,055	0,047	0,047	<0,046	0,076	0,038	<0,056	0,04	<0,049	0,046
	DS			0,015	0,001		0,001	0,002		0,002		0,002
Ti	Conc. [ppm]	<-0,092	<-0,091	<-0,088	<-0,124	<-0,099	<-0,126	<-0,101	<-0,095	<-0,099	<-0,086	<-0,107
	DS											
Pb	Conc. [ppm]	<-0,642	<-0,666	<-0,712	<-0,834	<-0,693	<-0,835	<-0,826	<-0,667	<-0,828	<-0,689	<-0,826
	DS											
Bi	Conc. [ppm]	<-0,868	<-0,886	<-0,886	<-0,902	<-0,885	<-0,903	<-0,894	<-0,880	<-0,891	<-0,861	<-0,897

(semiconfinado)

Tabla 11. Resultados del análisis de Cationes de muestras de aguas subterráneas (confinado)

Cationes	Muestra	VCH-107	VCH-111	VCH-114	VCH-115	VCH-126	VCH-130	VCH-174	VCHA-1
Cr	Conc. [ppm]	0,001	0	0,004	0,019	0	0	0,003	0,027

	DS	-0,036		-0,006	-0,007		-0,028	-0,027	-0,012
Mn	Conc. [ppm]	0	0,604	0,002	0,022	0	0	0,035	0,544
	DS		0,018	-0,012	-0,007		-0,04	-0,011	0,013
Fe	Conc. [ppm]	0,74	0,133	-0,003	0,304	0,082	0,182	0,269	0,948
	DS	0,014	0,004	0	0,003	0,002	0,004	0,006	0,016
Co	Conc. [ppm]	0,004	0	-0,007	0,002	0	0	0	0
	DS	-0,037		-0,023	-0,011			-0,036	
Ni	Conc. [ppm]	0,013	0	0,013	0,025	0,016	0,02	0,01	0,052
	DS	-0,018	-0,04	-0,005	-0,003	-0,013	-0,013	-0,019	-0,005
Cu	Conc. [ppm]	0,007	0	0,031	0,029	0,006	0,008	0	0,006
	DS	-0,036		-0,003	-0,004	-0,023	-0,024	-0,041	-0,024
Zn	Conc. [ppm]	0,019	-0,055	0,197	0,903	-0,246	0,196	-0,228	0,137
	DS	0,001	-0,002	0,001	0,004	-0,024	0,004	-0,015	0,002
As	Conc. [ppm]	<0,068	0,022	0,036	0,058	<0,057	<0,069	<0,038	0,078
	DS		0,006	0,001	0,001				0,004
Tl	Conc. [ppm]	<-0,084	<-0,094	<-0,125	<-0,119	<-0,094	<-0,088	<-0,085	<-0,098
	DS								
Pb	Conc. [ppm]	<-0,604	<-0,808	<-0,837	<-0,833	<-0,656	<-0,611	<-0,733	<-0,805
	DS								
Bi	Concontr acion	<-0,872	<-0,863	<-0,904	<-0,903	<-0,881	<-0,882	<-0,875	<-0,887

5.2. Comparación con el material de referencia

Para poder determinar la viabilidad del método que se está utilizando es necesario irradiar una muestra de concentración conocida, en este caso el material ARCAL 1010-2 este material por medio de una comparación brindara los resultados de las muestras analizadas.

Tabla 12. Resultados de la concentración del material de referencia ARCAL1010-2

Cationes	Concentración [ppm]	DS
----------	------------------------	----

Cr	0,997	0,023
Mn	0,94	0,021
Fe	5,75	0,057
Co	<0,003	0
Ni	2,6	0,024
Cu	1,2	0,013
Zn	2,44	0,017
As	0,583	0,038
Tl	<-0,012	0
Pb	3,238	0,082
Bi	0,662	0,121

La comparación se la realizo de manera porcentual del material de referencia con los resultados de la concentración experimentales

Tabla 13. Resultados de la comparación de Material de referencia

elemento		Ref	exp	% de error
Hierro	Fe	6,75	5,75	14,8148148
Zinc	Zn	2,93	2,44	16,7235495
Niquel	Ni	2,93	2,6	11,2627986
Cobre	Cu	1,5	1,2	20
Cromo	Cr	1,1	0,997	9,36363636
Manganeso	Mn	1,1	0,94	14,5454545
Arsenico	As	0,9	0,583	35,2222222
Plomo	Pb	0,42	3,238	87,0290303

Capítulo 6

Discusión

Las concentraciones que se muestran de los distintos cationes son bajas en algunos los valores que se muestran son negativos, lo cual indica que el catión no está presente en la muestra. En el caso de las muestras que se tomaron como blancos se observa que no existen cationes que puedan afectar en los resultados obtenidos.

Para la comparación de los resultados con un patrón de referencia se utilizo los valores de ARCAL 1010-2 los cuales tienen valores certificados de concentraciones provenientes de aguas subterráneas (ver tablas en anexos). Con esta comparación daremos y comprobaremos como los datos certificados y conocidos son validos en relación de las muestras acuíferas de los distintos lugares del muestreo.

En el caso del plomo no existe tal correlación, por lo tanto el método no es válido para este analito, pero con esta técnica se puede llegar a mejorar el método, la falla proviene de la preparación del estándar ya que al momento de preparar el multielemental el plomo haya sufrido una alteración. Otro factor es el $K\alpha$ del arsénico y el $L\alpha$ del plomo, estos tienen valores muy próximos y puede llegar a interferir el arsénico en la cuantificación del plomo, por lo que sería mejor preparar un estándar exclusivamente de plomo en ausencia de arsénico para comparar los resultados.

En los resultados se observan también la replicas, estas replicas son tomadas al azar, la comparación de la muestra VCH-210 en su réplica indica que el procedimiento de la preparación de muestras es optima. En la otra replica VCH-A5 se observa un nivel de hierro en la muestra, comparando los valores en la tabla 13 nos da un valor correlativo. Por lo tanto el procedimiento con el que se preparo las muestras es óptima.

Dentro de los resultados se observa que en pozos superficiales el componente mayoritario es el hierro alcanzando un valor más alto de 0,5 ppm en la muestra VCH-210

Las aguas provenientes de pozos subterráneos muestran los dos niveles, el confinado y el semi confinado. Dentro del nivel semi confinado existe la presencia de hierro en la muestra VCH-105 de una concentración de 1,122 ppm. El resto de los componentes presentan valor muy bajos. en la aguas del nivel confinado se muestran valores altos de hierro en la muestra VCH-A7 de una concentración de 0,74 ppm. Comparando estos valores se observa que las aguas superficiales presenta la concentración de hierro más alta y las aguas del nivel confinado son mas bajas, las aguas subterráneas no presentan ningún tipo de contaminante por parte de los cationes. Las concentraciones se encuentran dentro de los límites permisibles.

Observando el mapa de muestreo se observa que no existe intervención industrial en las aguas por lo que las muestras no fueron alertadas con algún catión que perturbe estas aguas subterráneas

Los resultados nos muestran que las aguas pueden ser utilizadas para fines domésticos ya que las concentraciones baja están dentro de los límites permisibles para su consumo. Estas aguas además de ser analizadas por este método, permite que se pueda utilizar como alternativa debido a que las muestras no presentan elevado contenido de arsénico. Las concentraciones de plomo que existen dentro de la muestra son menores al valor que se muestran en la tabla de concentraciones del plomo. Estas concentraciones bajas de los distintos cationes son bajos esto nos da un claro ejemplo como estos pozos no existe contaminación alguna.

Capítulo 7

Conclusiones

Las concentraciones de los cationes presentes en las muestras de aguas superficiales y subterráneas del municipio de Viacha son bajas, el componente mayoritario es hierro y se concluye que a mayor profundidad la concentración es menor. Como se observo en el presente trabajo.

También se llego a la conclusión de que al ser bajas las concentraciones de cationes en las muestras estas pueden ser utilizadas de manera domestica y consumo se debe tomar en cuenta que los distintos patrones que se analizaron en las muestras solo se analizaron sustancias inorgánicas. La presencia de compuestos orgánicos no se la realizo. Esto porque el método solo detecta elementos desde el silicio hasta compuestos pesados. El carbono se encuentra aun mas allá de la señal del silicio.

La técnica de fluorescencia de rayos x por reflexión total permite realizar un análisis cualitativo con tan solo irradiar la muestra. Esto hace que la técnica presente un análisis cualitativo inmediato identificando cada catión presente en la muestra solamente observando el espectro

Por otra parte el método utiliza cantidades mínimas de muestra por lo tanto el método es bueno y necesario ya que los limites de detección permiten detectar muestras a nivel traza. Los reflectores de cuarzo son la herramienta principal para que la irradiación de las muestras tengan un rango aceptable ya que si existiera algún problema con los reflectores no se podría realizar las lecturas correspondientes.

Por otra parte la concentración de plomo y arsénico durante su integrado y posterior cuantificación no mostraron problemas ya que fueron detectados sin problema con el método de fluorescencia de rayos X reflexión total. Por lo que se concluye que el método es óptimo para la determinación cuantitativa y cualitativa de estos compuestos. Durante la comparación con los patrones se observa que el plomo puede no tener datos confiables ya que el error de comparación con el material de referencia es muy alto, pero aun de esta manera se logro cuantificar el contenido de plomo en las muestras

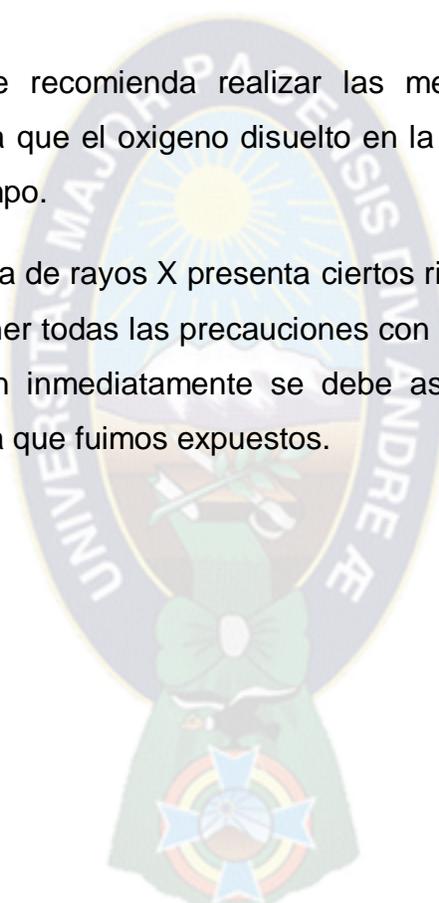
Las muestras al ser cationes deben estar en solución de ácido nítrico de otra forma se podría generar precipitado.

7.2. Recomendaciones

Dentro de las recomendaciones se debe tener bastante cuidado con el lavado de los reflectores ya que las mismas si no se encuentran en buen estado limpio y debidamente comprobado las lecturas de las muestras no serían confiables y se descartaría el método.

Durante el muestreo se recomienda realizar las mediciones inmediatamente después del muestreo ya que el oxígeno disuelto en la muestra va disminuyendo con el transcurso del tiempo.

El equipo de fluorescencia de rayos X presenta ciertos riesgos en su medición, por lo que se recomienda tener todas las precauciones con el equipo ya que si somos expuestos a la radiación inmediatamente se debe asistir con un médico para determinar la dosis con la que fuimos expuestos.



Referencias bibliográficas

- Limits of detection of an X-ray Total Reflection X-Ray Fluorescence system with Double Reflection Module. Conferencia nuclear analytical de metodos científicos. 1998
- Físicoquímica Castellán 2 edición editorial Pearson Pg.645-649
- Métodos Luminiscentes, Tema 4, “Métodos Luminiscentes”
- Prácticas experimentales Fluorescencia de rayos X, capítulo 2 pg(40-42)
- Tesis Determinación Cuantitativa de Plomo en Chiles Enlatados Mediante Técnicas Analíticas Nucleares y Espectrométricas. Laura Alejandra Sánchez Paz.1991universidad autónoma del Estado de México
- Estudio analítico mediante espectroscopia de fluorescencia de rayos X de fotografías históricas. Marián del Egido, David Juanes, Carmen Martín de Hijas_ Instituto del Patrimonio Histórico Español
- Aplicaciones y Optimizaciones para el Análisis y Cuantificación de Técnicas de Espectroscopia de Rayos X & Nucleares.Mauricio Santibáñez Villalobos_Concepción, 2013
- Handbook. Espectrometría de Fluorescencia de rayos X reflexión total
- ALEMAN, “Métodos Estándares para el examen de aguas y aguas residuales”, Edición 20, 1998, Traducción original de Inglés a español. Salta- Argentina, Julio de 2002

Anexos

Anexo 1 norma de calidad ambiental

NORMA DE CALIDAD AMBIENTAL Y DE descarga de EFLUENTES : RECURSO AGUA

4.1.3 Criterios de calidad para aguas subterráneas

A continuación se establecen criterios de calidad a cumplirse, al utilizar las aguas subterráneas.

4.1.3.1 Todos los proyectos que impliquen la implementación de procesos de alto riesgo ambiental, como: petroquímicos, carboquímicos, cloroquímicos, usinas nucleares, y cualquier otra fuente de gran impacto, peligrosidad y riesgo para las aguas subterráneas cuando principalmente involucren almacenamiento superficial o subterráneo, deberá contener un informe detallado de las características hidrogeológicas de la zona donde se implantará el proyecto, que permita evaluar la vulnerabilidad de los acuíferos, así como una descripción detallada de las medidas de protección a ser adoptadas.

4.1.3.2 La autorización para realizar la perforación de pozos tubulares (uso del agua) será otorgada por el CNRH, previo a la presentación por parte del interesado, de la siguiente información:

- a) Localización del pozo en coordenadas geográficas, y
- b) Uso pretendido o actual del agua.
- c) Datos técnicos de los pozos de monitoreo para la calidad del agua y remediación.

4.1.3.3 Los responsables por pozos tubulares estarán obligados a proporcionar al CNRH, al inicio de la captación de las aguas subterráneas o en cualquier época, la siguiente información:

- a) Copia del perfil geológico y características técnicas del pozo.
- b) Localización del pozo en coordenadas geográficas.
- c) Uso pretendido y actual del agua, y
- d) Análisis físico-químico y bacteriológico, efectuado en los últimos seis (6) meses, del agua extraída del pozo, realizado por un laboratorio acreditado.

4.1.3.4 Los responsables de pozos tubulares estarán obligados a reportar al CNRH, la desactivación temporal o definitiva del pozo.

4.1.3.5 Los pozos abandonados, temporal o definitivamente, y todas las perforaciones realizadas para otros fines, deberán, después de retirarse las bombas y tuberías, ser adecuadamente tapados con material impermeable y no contaminante, para evitar la contaminación de las aguas subterráneas. Todo pozo deberá ser técnica y ambientalmente abandonado.

4.1.3.6 De existir alteración comprobada de la calidad de agua de un pozo, el responsable, deberá ejecutar las obras necesarias para remediar las aguas subterráneas contaminadas y el suelo afectado.

Los criterios de calidad admisibles para las aguas subterráneas, se presentan a continuación (ver tabla 5):

TABLA 5. Criterios referenciales de calidad para aguas subterráneas, considerando un suelo con contenido de arcilla entre (0-25,0) % y de materia orgánica entre (0 - 10,0) %.

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Arsénico (total)	As	µg/l	35
Bario	Ba	µg/l	338
Cadmio	Cd	µg/l	3,2
Cianuro (total)	CN-	µg/l	753
Cobalto	Co	µg/l	60
Cobre	Cu	µg/l	45
Cromo total	Cr	µg/l	16
Molibdeno	Mo	µg/l	153
Mercurio (total)	Hg	µg/l	0,18
Níquel	Ni	µg/l	45
Plomo	Pb	µg/l	45
Zinc	Zn	µg/l	433

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Compuestos aromáticos.			
Benceno.	C ₆ H ₆	µg/l	15
Tolueno.		µg/l	500
Estireno		µg/l	150
Etilbenceno		µg/l	75
Xileno (Suma) ¹		µg/l	35
Fenol		µg/l	1 000
Cresol ²		µg/l	100
Hidroquinona		µg/l	400
Hidrocarburos aromáticos policíclicos.			
Naftaleno		µg/l	35
Fenantreno.		µg/l	2,5
Antraceno		µg/l	2,5
Fluoranteno		µg/l	0,5

TABLA 5. Criterios referenciales de calidad para aguas subterráneas, considerando un suelo con contenido de arcilla entre (0-25,0) % y de materia orgánica entre (0 - 10,0) %.

¹ Sumatoria de las formas: Meta, orto y paraxileno

² Sumatoria de las formas: Meta, orto y paracresol.

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Benzo(a)antraceno		µg/l	0,25
Criseno		µg/l	0,026
Benzo(k)fluoranteno		µg/l	0,026
Benzo(a)pireno		µg/l	0,026
Benzo(ghi)perileno		µg/l	0,025
Indenol (1,2,3 cd) pireno		µg/l	0,025
Hidrocarburos Clorados.			
Diclorometano		µg/l	500
Triclorometano		µg/l	200
Tetraclorometano		µg/l	5,0
1,1-dicloroetano		µg/l	1 300
1,2-dicloroetano		µg/l	200
1,1,1- tricloroetano		µg/l	275
1,1,2-tricloroetano		µg/l	750
Vinilclorado		µg/l	0,35
Cis-1,2- dicloeteno		µg/l	650
Tricloroetano		µg/l	250
Tetracloroetano		µg/l	20
Monoclorobenceno		µg/l	90
Diclorobenceno (Suma)		µg/l	25

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Triclorobenceno (Suma)		µg/l	5
Tetraclorobenceno (Suma)		µg/l	1,26
Pentaclorobenceno		µg/l	0,5
Hexaclorobenceno		µg/l	0,26
Monoclorofenol (Suma)		µg/l	50
Diclorofenol (Suma)		µg/l	15
Triclorofenol (Suma)		µg/l	5
Tetraclorofenol		µg/l	5
Pentaclorofenol		µg/l	1,5
Cloronaftaleno		µg/l	3
PCBs (Suma) ³		µg/l	0,01

TABLA 5. Criterios referenciales de calidad para aguas subterráneas, considerando un suelo con contenido de arcilla entre (0-25,0) % y de materia orgánica entre (0 - 10,0) %.

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
------------	----------------	--------	--------------------------

³ Suma de Bifenilos Policlorados Totales: Formas PCB 28, 52, 101, 138, 153 Y 180.

Parámetros	Expresado como	Unidad	Límite máximo permisible
Pesticidas			
Organoclorados			
DDD, DDE, DDT (Suma) ⁴		µg/l	0,005
Drins (Suma) ⁵		µg/l	0,05
HCH-Compuestos (Suma) ⁶		µg/l	0,5
Carbamatos			
Carbaril		µg/l	0,06
Carbofuran		µg/l	0,06
Maneb		µg/l	0,05
Organonitrogenados			
Atrazina		µg/l	0,05
Compuestos remanentes			
Ciclohexanos		µg/l	7 500
Ftalatos (Suma) ⁷		µg/l	2,75
Hidrocarburos totales de petróleo		µg/l	325
Piridina		µg/l	1,75
Tetrahidrofurano		µg/l	0,75
Tetrahidrotiofeno		µg/l	15

El Ministerio del Ambiente dictará una Subnorma específica como complemento a la presente, referente a aguas subterráneas

⁴ Suma de DDD, DDE y DDT.

⁵ Suma de Aldrín, Endrín, y Dieldrín.

⁶ Suma de los isómeros del Hexaclorociclohexano: alfa, beta, gama.

⁷ Suma de Ftalatos totales.

Anexo 2 - Tabla de intensidades relativas

Tabla de conteos obtenido con el procedimiento Fluorescencia de rayos X para los cationes Cromo Manganeso Hierro Cobalto Níquel

Cationes	Cr		Mn		Fe		Co		Ni	
Muestra	Conteos	error								
BL-C1	121	21	86	19	4691	69	18	20	1977	48
BL-R	88	19	35	16	1995	46	47	18	100	19
BLC-3	70	18	27	16	996	35	26	16	376	26
BLU-3	148	5	58	5	1078	11	10	4	102	5
R-1	115	24	87	23	2786	55	9	22	74	22
RLA-02	3699	67	4305	74	37566	182	68	42	21278	139
VCH-105	116	25	112	24	5569	76	51	24	219	25
VCH-107	94	28	43	25	4113	67	79	25	167	25
VCH-111	55	25	2156	52	1439	46	13	23	78	23
VCH-114	134	7	86	7	1241	13	33	6	221	8
VCH-115	200	9	198	9	3211	24	101	9	349	11
VCH-117	86	22	14	19	716	33	83	22	142	26
VCH-130	118	27	80	25	2275	52	55	24	282	29
VCH-135	47	27	404	33	12115	109	61	29	297	29
VCH-144	98	22	946	38	1592	44	31	19	143	22
VCH-146	182	23	68	20	1640	44	39	20	140	22
VCH-173	42	23	72	22	2318	51	30	21	678	34
VCH-174	107	23	206	23	2318	50	68	20	163	21
VCH-175	68	9	499	13	2109	21	48	9	421	12
VCH-181	111	24	20	20	3056	57	41	20	94	20
VCH-184	209	7	156	7	1142	12	104	7	238	8
VCH-186	114	28	42	25	725	35	58	22	145	25
VCH-191	176	7	113	7	1352	13	26	6	192	7
VCH-210	141	21	35	19	3417	59	74	21	215	23
VCH-210R	154	20	287	24	1516	41	23	17	134	20
VCH-257	108	24	73	22	3099	58	31	22	80	22
VCH-76	94	21	182	23	1068	37	45	18	286	25
VCH-79	120	6	101	6	1665	13	24	5	168	6
VCHA-1	198	24	2504	54	6079	78	44	22	513	29
VCHA-2	143	19	61	17	850	33	57	17	176	20
VCHA-3	120	24	68	22	1170	39	29	19	284	26
VCHA-4	203	25	63	21	2031	48	22	19	203	23
VCHA-5	126	23	24	19	1804	46	-13	18	70	21
VCHA-5R	179	19	48	16	1071	35	39	16	120	18

VCHA-6	162	6	79	6	1342	12	8	5	683	10
VCHA-7	192	20	63	17	1028	35	10	15	164	19
VCHA-8	115	28	108	26	1887	50	27	25	105	27
VCHA-9	127	18	90	18	2531	51	10	17	781	32
VCH-126	74	22	63	21	1554	43	16	18	227	24
BLV-1	145	17	81	16	2345	49	59	17	130	18
BLV-2	159	7	204	8	1533	17	45	6	256	9

Tabla de conteos obtenido con el procedimiento Fluorescencia de rayos X para los cationes Cromo Manganeso Hierro Cobalto Níquel

Cationes	Cu		Zn		As		Ti		Pb		Bi	
Muestra	Conteos	error										
BL-C1	222	25	1875	50	99	97	-18	77	-4	97	-2	15
BL-R	128	21	2695	56	111	86	-92	73	-34	85	3	13
BLC-3	49	19	1860	50	239	130	-8	73	-153	129	-8	15
BLU-3	82	5	1272	12	323	4	-90	20	-328	4	-29	3
R-1	98	24	1379	44	540	23	80	83	-407	23	11	18
RLA-02	12724	112	29059	161	13899	852	142	102	13586	125	1065	99
VCH-105	285	29	3037	64	309	182	182	88	-89	181	-21	17
VCH-107	124	27	2504	62	489	208	-299	90	-409	209	-98	24
VCH-111	58	23	1790	48	118	23	-61	79	-13	23	9	18
VCH-114	385	9	5256	24	388	7	-140	30	-375	7	-141	4
VCH-115	400	12	13986	49	804	12	-343	40	-447	12	-131	4
VCH-117	21	29	37778	195	551	197	-88	98	-165	195	-32	15
VCH-130	178	30	5216	83	409	195	128	102	-321	195	-49	24
VCH-135	102	27	3131	67	591	155	136	103	-561	153	-63	18
VCH-144	54	21	1904	52	366	145	59	83	-288	144	-11	17
VCH-146	94	21	4630	70	545	22	-215	92	-525	21	-139	13
VCH-173	134	27	701	43	604	167	88	106	-519	165	-55	18
VCH-174	87	21	515	35	267	99	40	90	-174	98	-33	15
VCH-175	291	12	11049	45	599	12	-3	40	-149	12	16	6
VCH-181	103	23	2577	59	201	173	-60	78	-47	174	-49	18
VCH-184	110	7	5930	25	560	8	-436	28	-363	8	-102	4
VCH-186	72	26	1262	49	326	197	108	99	-195	198	-19	23
VCH-191	112	7	1527	14	697	7	-419	29	-626	7	-89	4
VCH-210	145	22	4964	72	569	29	85	86	-69	29	36	15
VCH-210R	207	22	6327	79	383	24	-247	82	-199	24	-114	11

VCH-257	126	26	1069	45	45	200	33	96	199	200	-33	19
VCH-76	23	21	2992	63	-97	165	61	94	261	165	-23	14
VCH-79	194	7	4927	22	780	7	-270	25	-649	7	-111	3
VCHA-1	140	24	4238	68	981	33	39	88	-265	33	9	15
VCHA-2	208	22	6215	78	429	23	-153	91	-275	23	-102	11
VCHA-3	210	27	1808	54	376	207	143	88	-15	207	3	19
VCHA-4	140	25	1880	54	152	159	77	99	19	158	-30	15
VCHA-5	2311	55	3223	65	82	171	-159	86	144	171	-12	16
VCHA-5R	119	18	1769	45	309	18	-184	79	-266	17	-71	9
VCHA-6	116	6	2596	17	484	6	-128	25	-443	6	-87	4
VCHA-7	145	20	2822	55	367	16	-147	82	-378	16	-68	11
VCHA-8	111	29	3495	68	179	132	-120	85	-135	133	-22	26
VCHA-9	282	24	3583	62	598	20	-267	94	-512	20	-104	9
VCH-126	144	25	381	35	513	175	51	95	-342	173	-23	17
BLV-1	91	18	5708	75	608	13	-230	68	-616	13	-58	8
BLV-2	162	9	3205	25	515	6	-220	36	-493	5	-38	3

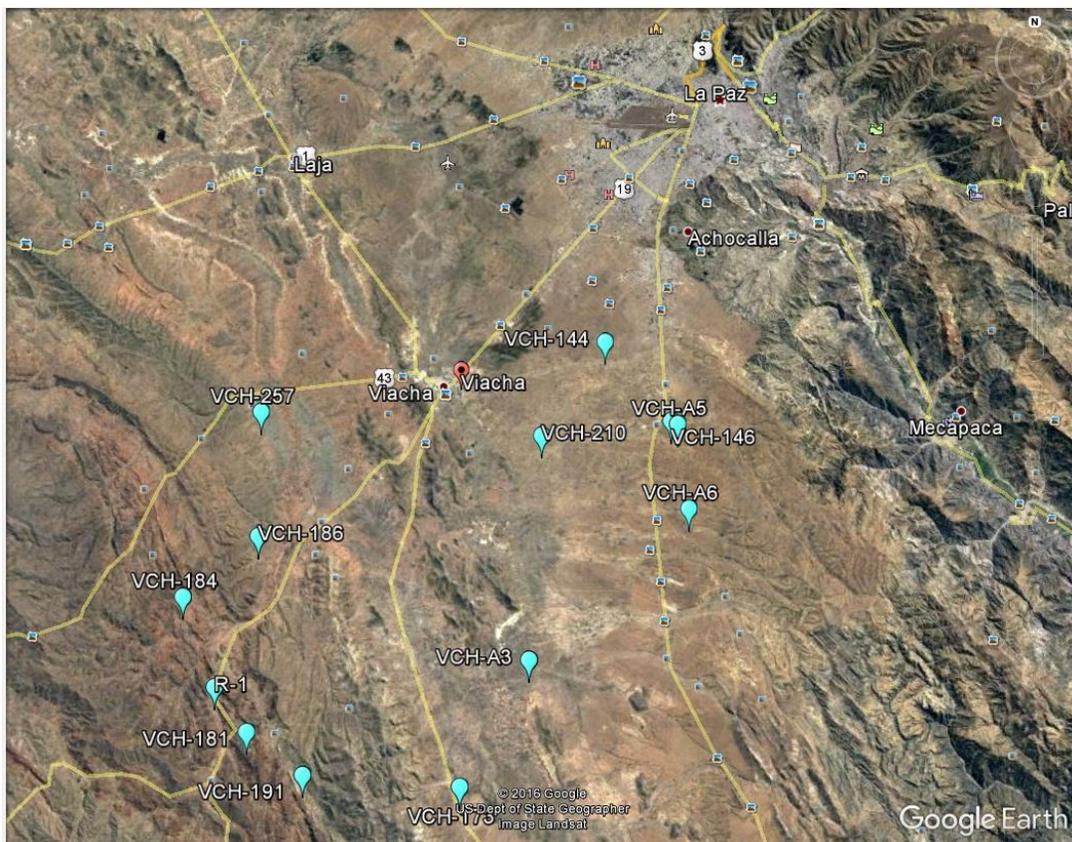


Anexo 3 - Material de referencia

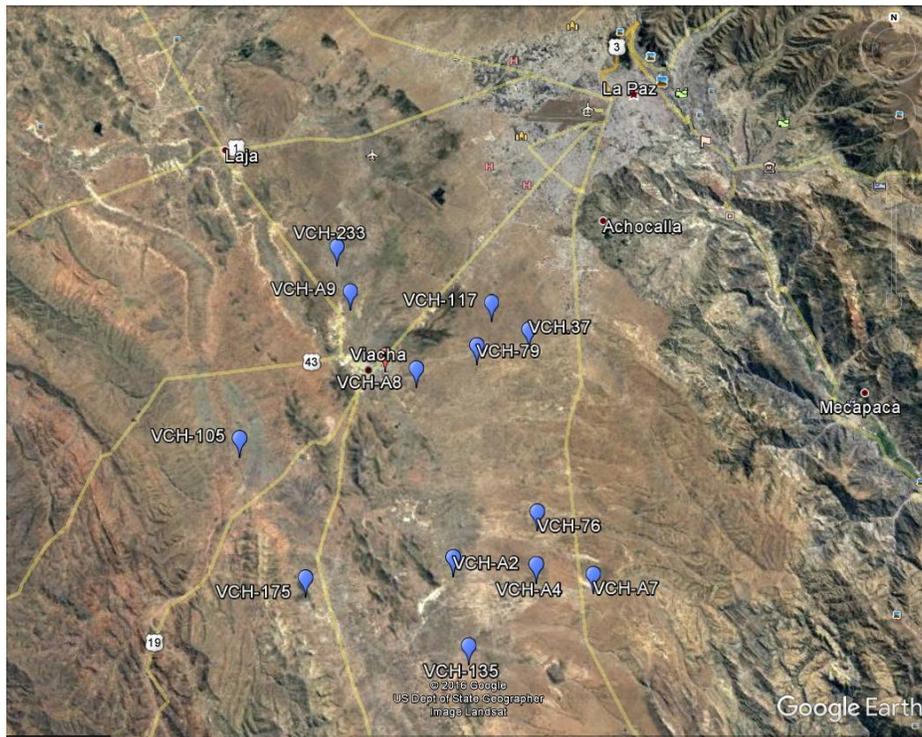
ARCAL 1010-2			
Elemento	Símbolo	Concentración	Desviación estándar
Boro	B	3	0,06
Hierro	Fe	6,75	0,13
Zinc	Zn	2,93	0,06
Niquel	Ni	2,93	0,06
Cobre	Cu	1,5	0,03
Cromo	Cr	1,1	0,02
Manganeso	Mn	1,1	0,02
Arsenico	As	0,9	0,02
Cadmio	Cd	0,68	0,01
Plomo	Pb	0,42	0,01
Mercurio	Hg	2,25	0,04

Anexo 4 – Mapas de los puntos de muestreo según los niveles acuíferos

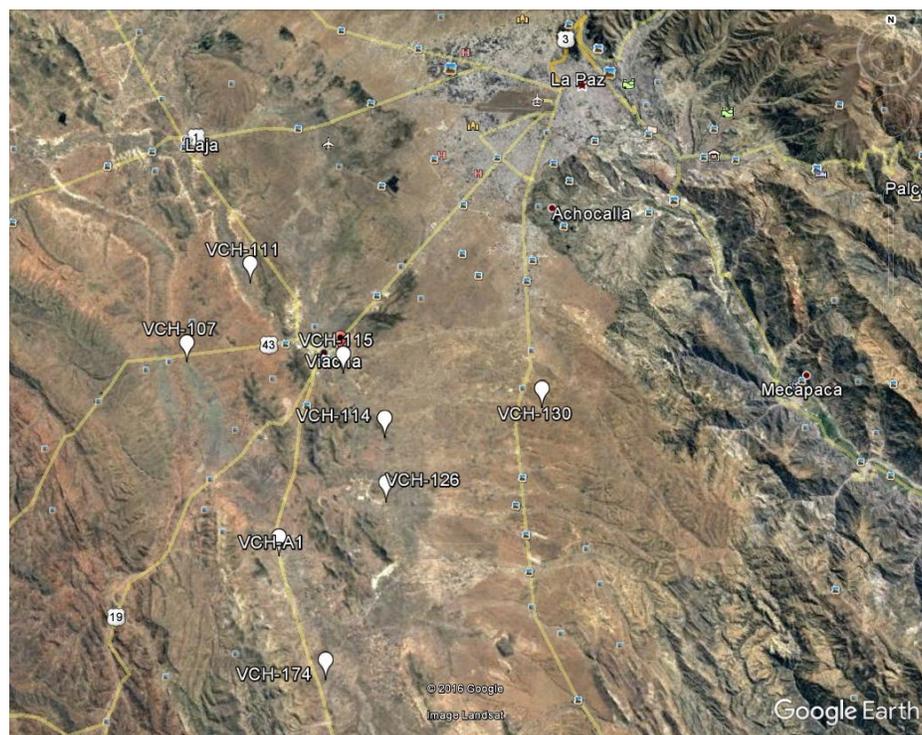
Mapa de muestreo para aguas superficiales



Mapa de muestreo para aguas subterráneas (Semi confinado)



Mapa de muestreo para aguas subterráneas (Confinado)



Anexo 5- Gráficos de Conductividad eléctrica, pH, oxígeno disuelto y potencial Red-Ox

