

**UNIVERSIDAD MAYOR DE SAN ANDRÉS
FACULTAD DE CIENCIAS PURAS Y NATURALES
CARRERA DE CIENCIAS QUÍMICAS**



“PARÁMETROS DE ANÁLISIS DE SUELOS”

**TRABAJO PARA OPTAR AL TÍTULO DE LICENCIADO
EN CIENCIAS QUÍMICAS**

Postulante: JUAN GABRIEL SALINAS ANDRADE

Docente Guía: Ph.D. MARÍA EUGENIA GARCÍA MORENO

Tutor: Ph.D. JOSÉ LUIS VILA CASTRO

LA PAZ – BOLIVIA

2011

DEDICATORIA

A mis padres quienes siempre me apoyaron y me alentaron en las diferentes fases de mi desarrollo personal

AGRADECIMIENTOS

- A la Carrera de Ciencias Químicas y a todos los docentes por motivar y profundizar mis conocimientos de la química para mi formación profesional.
- Al laboratorio químico del Instituto de Investigaciones Geológicas y del Medio Ambiente (IGEMA) por fortalecer mis conocimientos.
- Al Lic. Pablo Morales por haberme prestado su incondicional colaboración a lo largo del presente trabajo, compartiendo sus conocimientos y experiencias en el tema.
- Al Dr. José Luis Vila por todos los consejos y recomendaciones brindadas para la realización de este documento.

INDICE

	Página
1. INTRODUCCION	1
2. ANTECEDENTES	
2.1. Alcalimetría.....	2
2.2. Espectroscopía UV – Visible	5
2.3. Espectroscopía de Absorción Atómica.....	10
2.4. Cartas de Control.....	20
3. JUSTIFICACION	22
4. OBJETIVOS	22
4.1 Objetivo General.	
4.2 Objetivos Específicos.	
5 CARACTERISTICAS DEL LABORATORIO (IGEMA)	22
6 ACTIVIDADES REALIZADAS EN EL LABORATORIO	24
7 METODOLOGIA	
7.1 Determinación de carbonatos por alcalimetría.....	24
7.2 Extracción sólido - líquido con benceno y análisis de espectros UV-Visible.....	26
7.3 Manejo, calibración y análisis de plomo en muestras de quinua por Absorción Atómica	27
7.4 Preparación de muestras para análisis de suelos.....	28
8 RESULTADOS	29
9 CONCLUSIONES	35
10 BIBLIOGRAFIA	36

11 ANEXOS

1. Condiciones de lectura de metales por absorción atómica a la llama.....	38
2. Espectro UV del benceno.....	39
3. Diagrama de flujo para la preparación de muestras de suelo.....	40
4. Espectroscopía ICP – OES.....	41
5. Norma ISO-17025.....	42
6. Sistema utilizado en alcalimetría, los matraces están unidos con mangueras y están sellados con tapones de goma.....	46

1. INTRODUCCION

Control de calidad ^[1]

El control de calidad es el conjunto de técnicas y actividades de acción operativa que se utilizan, actualmente, para evaluar los requisitos que se deben cumplir respecto de la calidad del producto o servicio, cuya responsabilidad recae, específicamente, en el trabajador competente. Un factor importante para el funcionamiento de una organización es la calidad de sus productos y servicios. Se debe tener siempre en cuenta, los aspectos que inciden en ellas:

- **SUPERVISIÓN Y TRABAJADORES CALIFICADOS.** La supervisión de manufactura y el personal de la planta, influyen decisivamente en la fabricación.
- **INSPECCIÓN Y ESPECIFICACIONES TÉCNICAS.** La inspección y pruebas funcionales comprueban el cumplimiento con las especificaciones técnicas.
- **INSTALACIÓN Y SERVICIO DEL PRODUCTO.** La instalación y el servicio del producto ayudarán a lograr el funcionamiento correcto, de acuerdo a las especificaciones y por el control de mantenimiento adecuado.
- **MEJORA EN LA CALIDAD.** Cada esfuerzo y mejora que se realice hacia la calidad y por mantenerla, significará un cambio positivo para el equipo de trabajadores de la empresa.

Es necesario conocer las claves para el desarrollo de una gestión de calidad:

- La calidad como ventaja competitiva.
- La calidad es estrategia y planificación.
- La organización debe orientarse a la calidad.
- La calidad viene del personal.
- Con la mejora continua, la calidad se retroalimenta.

Todos los trabajadores de una empresa tienen un grado de responsabilidad. Todo el personal de las dependencias de la empresa y, en todos los niveles, deben estar comprometidos permanentemente con efectuar controles de calidad. Éste se inicia por ellos mismos, al autoevaluar su nivel de desempeño y de trabajo.

Además, se debe tener en cuenta:

- Que el trabajador no debe tener duda en corregir cualquier falla en la atención al cliente, como: la rapidez, la amabilidad, la organización, proporcionar buena información, etc.
- Que asegurar la calidad es hacer bien las cosas a través de procedimientos simples, claros y accesibles.
- Que en la formación profesional, se debe considerar la calidad total como una forma de pensar y de actuar, que conduce a la excelencia en todos los trabajos desarrollados en la empresa. Por ende, implica que la calidad debe estar presente y traspasarse a todo el personal y a todas las funciones de la empresa.
- Existen controles o registros que podrían llamarse "herramientas para asegurar la calidad de una empresa".

Éstas son las siguientes:

1. Hoja de control o de registro. Sirve para reunir y clasificar las informaciones.
2. Histograma. Presentación de una serie de medidas clasificadas y ordenadas.
3. Diagrama de Pareto. Herramienta que se utiliza para priorizar los problemas o las causas que los genera.
4. Diagrama de causa efecto. Sirve para solventar problemas de calidad.
5. Análisis por Estratificación. Es lo que clasifica la información recopilada sobre una característica de calidad.
6. Diagrama de Dispersión. Es el estudio de variables.
7. Gráfica de Control. Se utilizan para estudiar la variación de un proceso.

2. ANTECEDENTES

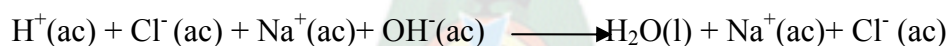
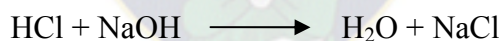
2.1. Alcalimetría ^[2,3]

Para determinar la concentración de una solución desconocida se utiliza una segunda solución de concentración conocida, que al mezclarse con la primera experimenta una reacción química específica y de estequiometría también conocida. La solución de concentración conocida se llama solución valorada.

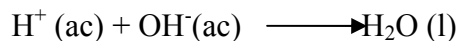
Valoración o titulación son los nombres que se dan al proceso de determinación del volumen necesario de la solución valorada para reaccionar con una cantidad determinada de la muestra a analizar. Por este motivo se dice que es un método de análisis volumétrico. Se lleva a cabo agregando en forma controlada la solución valorada a la solución problema, hasta que se juzga completa la reacción entre las dos.

En la determinación de la concentración desconocida de un ácido se utiliza una base de concentración conocida. En la determinación de la concentración desconocida de una base se utiliza un ácido de concentración conocida. Se realizan una acidimetría o una alcalimetría respectivamente.

En la reacción de neutralización, los iones hidrógeno provenientes del ácido y los iones oxhidrilo de la base reaccionan formando agua.



Los aniones del ácido y los cationes de la base son iones espectadores, la reacción que verdaderamente tiene lugar es:



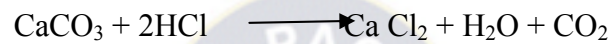
Cuando se han mezclado cantidades estequiométricamente equivalentes de ácido y de base se dice que se llega al punto de equivalencia de la titulación. En el punto de equivalencia el nº de H^+ debe ser igual al nº de OH^- .

Una de las formas de determinar cuándo se ha llegado al punto de equivalencia de una titulación ácido-base es utilizando un reactivo indicador, que tiene distinto color en

solución ácida o en solución básica. El cambio de color indica que toda la solución problema se ha neutralizado y marca el punto final de la valoración.

Los carbonatos son insolubles en su mayoría, excepto los del primer grupo de la Tabla Periódica y los de amonio; por lo que para su determinación se emplea un método indirecto.

El Carbonato de Calcio (CaCO_3) se disuelve en HCl de concentración conocida, agregando un exceso de este último. El exceso de HCl se titula con una base fuerte (NaOH), también de concentración conocida. La reacción que se lleva a cabo es:



2.2. Espectroscopía Ultravioleta – Visible ^[4,5]

Aunque el descubrimiento de la dispersión de la luz por Newton data de 1704 el desarrollo de las técnicas experimentales en este campo fue muy lento. Solo más de un siglo después Fraunhofer creó un sistema óptico, que mediante uso de prismas y rendija (slit), permitió detectar en el espectro de la luz solar las líneas de absorción que llevan su nombre. El conocimiento de que cada elemento químico posee un espectro de emisión de líneas característica se debe a Bunsen y Kirchhoff (1859), que pueden considerarse los fundadores del análisis espectral y los primeros que construyeron un equipo capaz de ser utilizado prácticamente. Su desarrollo llevó al descubrimiento de los nuevos elementos Rb, Cs, Sr, y a detectar la presencia del helio en el sol. Mientras la Espectroscopía de Emisión Atómica poseía ya a fines del siglo XIX numerosas aplicaciones prácticas, en especial en la determinación de metales en minerales, la Espectroscopía de Absorción Molecular en las regiones Ultravioleta y Visible solo alcanzó desarrollo a partir de los años 30 del siglo XX. El desarrollo de sistemas de detección fotoeléctrica permitió en los años 40 la sustitución de los equipos de detección fotográfica, poco eficientes, y la generalización de esta técnica espectroscópica. A partir de entonces los espectrofotómetros UV-Vis se convirtieron en instrumental común en los laboratorios químicos.

2.2.1 Regiones del espectro Ultravioleta-Visible

La región del espectro electromagnético que corresponde a las transiciones que involucran a electrones de la capa de valencia se extiende por longitudes de onda de 100 a 1000nm (regiones ultravioleta-visible e infrarroja cercana). No toda esta zona es de igual utilidad para la elucidación de estructuras orgánicas. La región por debajo de 200 nm, conocida como ultravioleta lejano, presenta características que hacen complicada su utilización:

a) En esta zona absorben las moléculas componentes del aire, lo que hace imprescindible trabajar con equipos evacuados (de aquí el nombre alternativo de la región: Ultravioleta de vacío).

b) Los materiales usuales para la construcción de componentes ópticos (celdas, lentes, elementos dispersivos), el cuarzo y el vidrio, absorben fuertemente en esta zona. Se

requiere trabajar con otros materiales, menos versátiles y más costosos (LiF, CaF₂, zafiro, utilizables hasta 115, 125 y 140 nm respectivamente).

c) Los disolventes absorben fuertemente en esta región. Los hidrocarburos saturados pueden usarse hasta 170 nm, los hidrocarburos perfluorados hasta 150 nm.

d) La sensibilidad de los detectores es generalmente baja.

e) La absorción en esta zona es poco selectiva. Casi todos los compuestos presentan absorción en esta región. La región entre 200 y 400 nm, llamada Ultravioleta cercana, es de gran utilidad en la determinación estructural de insaturación conjugada, aromaticidad o de ciertos grupos insaturados con pares electrónicos libres (carbonilo, nitro, etc.), sin presentar los serios inconvenientes del ultravioleta de vacío. Se requieren materiales ópticos de cuarzo si se quiere acceder a la zona de longitudes de onda inferiores a 350 nm, mientras que el vidrio es utilizable en el resto de la región Ultravioleta cercana y toda la región visible. La región visible, de 400 hasta cerca de 800 nm, es la única del espectro electromagnético a la que es sensible el ojo humano. Las bandas de absorción presentes en esta zona corresponden a transiciones electrónicas de muy baja energía. Todos los compuestos coloreados absorben selectivamente en esta región. Los compuestos fuertemente conjugados y ciertos complejos de metales de transición absorben significativamente en la región visible. Ciertas transiciones electrónicas pueden presentarse a longitudes de onda superiores a 800 nm, pero éstas no son comunes en los compuestos orgánicos.

2.2.2 Características de las bandas de absorción en la región Ultravioleta-Visible

Las transiciones electrónicas en moléculas se presentan en forma de bandas, con modificación simultánea de los niveles de energía vibracionales y rotacionales. En moléculas pequeñas en fase gaseosa es posible observar la estructura fina vibracional de las bandas electrónicas con subestructura rotacional no bien resuelta. En moléculas más complejas la multiplicidad de los niveles vibracionales hace que el gran número de transiciones de similar energía produzca bandas de absorción continuas sin estructura fina vibracional evidente. Esto es también lo usual cuando se registran los espectros de absorción UV en fases condensadas (disoluciones, sólidos). Las principales

características de una banda de absorción son: posición del máximo, intensidad y anchura.

La posición de una banda, dada por la del máximo de absorción, depende de la energía de la transición (relación de Bohr).

La intensidad de una banda de absorción puede expresarse como absortividad molar en el máximo, o más correctamente como intensidad integrada. Esta intensidad depende del cuadrado del momento dipolo de la transición (cambio en la distribución de cargas eléctricas durante la transición). Se producen absorciones intensas cuando una transición es acompañada por un gran cambio en la distribución de cargas, por otra parte las transiciones con pequeño cambio en la distribución de cargas producen débiles bandas de absorción, es común trabajar con soluciones de concentraciones 10 a 10molL. La anulación del momento dipolo de transición y por lo tanto la ausencia o baja intensidad de una banda de absorción está vinculada con la simetría de las funciones de onda y se expresa a través de las reglas de selección

La anchura de una banda de absorción electrónica depende del número e intensidad de los componentes vibracionales de la transición correspondiente. La distribución de intensidades entre los componentes vibracionales de una transición electrónica depende de los cambios en la geometría de equilibrio de los estados base y excitados.

2.2.3 Transiciones electrónicas en moléculas orgánicas

Las bandas de absorción en las regiones ultravioleta y visible que presentan los compuestos orgánicos se asocian con transiciones electrónicas en la capa de valencia. Los electrones involucrados en dichas transiciones corresponden a aquellos mas débilmente atraídos por el conjunto de núcleos atómicos que componen la molécula y cuyos estados pueden ser descritos a través de orbitales moleculares que se expresan como combinaciones lineales de orbitales atómicos de la capa de valencia. Las transiciones electrónicas a orbitales moleculares más externos dan lugar a las denominadas transiciones Ridberg presentes en el ultravioleta de vacío. Por otra parte, las transiciones electrónicas que involucran a los electrones de las capas internas son muy energéticas y se presentan en la región de los rayos X del espectro electromagnético. A estos efectos resulta conveniente recordar la clasificación convencional de los orbitales moleculares en la capa de valencia de los compuestos orgánicos.

Orbitales σ y σ^* . Son orbitales moleculares localizados a lo largo del eje de unión de los átomos. Los orbitales σ generan una densidad electrónica elevada en la región internuclear teniendo un carácter fuertemente enlazante. Los orbitales σ^* , como todos los orbitales antienlazantes, presentan un plano nodal perpendicular al eje del enlace en la región internuclear y tienen un acentuado carácter antienlazante.

Orbitales π y π^* . Estos orbitales se emplean en la descripción de los enlaces múltiples. Las regiones de mayor densidad electrónica correspondiente a los mismos son aquellas colaterales al eje del enlace. El carácter enlazante o antienlazante de estos orbitales es menos acentuado que el de los orbitales σ .

Orbitales n . Estos orbitales moleculares tienen un acentuado carácter local y describen pares electrónicos libres asociados con heteroátomos (O, S, N, Halógeno). Energéticamente tienen carácter no-enlazante.

Según el esquema de la figura 1, las transiciones electrónicas posibles dentro de la capa de valencia son:

a) Transiciones $\sigma\sigma^*$. Se presentan en todos los compuestos orgánicos. Son en general de gran energía (UV de vacío) e intensidad.

b) Transiciones $\sigma\pi^*$ y $\pi\sigma^*$. Son posibles solo en compuestos insaturados. Son transiciones de baja intensidad (regiones de definición de los orbitales involucrados diferentes) en el UV lejano. Carecen de interés práctico.

c) Transiciones $n\sigma^*$. Se presentan en compuestos con heteroátomos (O, N, S, Halógeno), generalmente en la región cercana a los 200 nm. La intensidad es variable dependiendo de la naturaleza del orbital n .

d) Transiciones $\pi\pi^*$. Presentes solo en compuestos insaturados. En ausencia de conjugación estas transiciones se presentan en UV de vacío. Dan lugar a bandas intensas que pueden aparecer en UV cercano, si está presente insaturación conjugada.

e) Transiciones $n\pi^*$. Presentes en compuestos insaturados con heteroátomos (grupos carbonilo, nitro, azo, tiocarbonilo). Dan lugar a bandas débiles usualmente en la región UV-cercana (baja energía de transición).

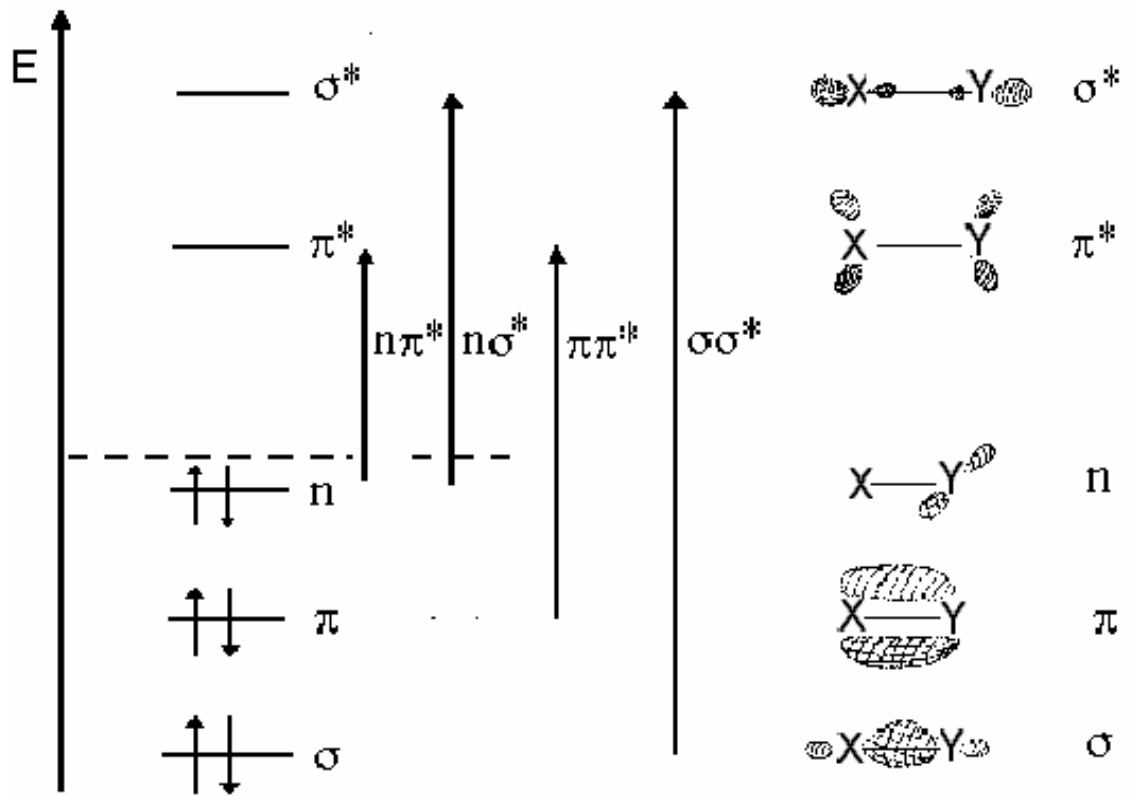


Fig. 1 Transiciones electrónicas posibles dentro de la capa de valencia

2.3. Espectroscopía de Absorción Atómica^[6,7,8,9]

Cuando la transición se produce desde el estado fundamental hasta el estado excitado mediante la absorción de la radiación de una determinada frecuencia (característica para cada átomo), estamos en el caso de las técnicas de absorción. En el caso en que los átomos se lleven previamente a un estado excitado y se mide la intensidad de la radiación emitida a la frecuencia característica correspondiente a la transición desde el estado excitado al estado fundamental, hablamos de técnicas espectrofotométricas de emisión.

La espectroscopia de absorción atómica es una técnica muy relacionada con la fotometría de llama ya que se utiliza una llama para atomizar la disolución de la muestra de modo que los elementos a analizar se encuentran en forma de vapor de átomos. Ahora bien, en absorción atómica existe una fuente independiente de luz monocromática específica para cada elemento a analizar y que se hace pasar a través del vapor de átomos, midiéndose posteriormente la emisión absorbida.

Espectroscopia de absorción atómica en flama.

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

Descripción de la técnica de EAA

La técnica de absorción atómica en flama en una forma concisa consta de lo siguiente: la muestra en forma líquida es aspirada a través de un tubo capilar y conducida a un nebulizador donde ésta se desintegra y forma un rocío o pequeñas gotas de líquido. Las gotas formadas son conducidas a una flama, donde se produce una serie de eventos que originan la formación de átomos. Estos átomos absorben cualitativamente la radiación emitida por la lámpara y la cantidad de radiación absorbida está en función de su concentración.

La señal de la lámpara una vez que pasa por la flama llega a un monocromador, que tiene como finalidad el discriminar todas las señales que acompañan la línea de interés.

Esta señal de radiación electromagnética llega a un detector o transductor y pasa a un amplificador y por último a un sistema de lectura.

Fuentes de radiación

Una vez que han sido formados los átomos, la flama tiene la misma función que una celda en espectroscopia visible o Ultravioleta. Los átomos de la flama absorben radiación de acuerdo a la Ley de Beer si esta corresponde a la diferencia en energía entre los niveles energéticos de algunos de los átomos presentes, de lo contrario, la radiación pasa por la flama sin disminuir la potencia de haz como efecto de los átomos contenidos en ella.

El desarrollo de un equipo comercial de absorción atómica fue hasta principio de los cincuentas, ya que aunque su potencial se vislumbra desde fines del siglo pasado, no se sabía aún como tener una fuente de radiación para este tipo de espectroscopia.

Niveles cuánticos en átomos

Los átomos de los diferentes elementos tienen líneas bien definidas que corresponden a transiciones entre diferentes niveles atómicos. Estas transiciones tienen anchos espectrales de décimas o hasta centésimas de nanómetro. Cada elemento va a responder a la excitación de una radiación de longitud de onda muy específica ya que solo este elemento absorbe o emite tal tipo de radiación, porque esta corresponde a la diferencia en energía entre dos niveles particulares de ese átomo.

La idea de Alan Walsh, el creador de la Espectroscopia de Absorción Atómica fue la siguiente: los átomos absorben y emiten radiación de exactamente la misma frecuencia o longitud de onda, ya que absorben radiación al pasar del estado basal a un estado excitado y teóricamente emiten la misma frecuencia de radiación en el proceso inverso; por lo tanto si se tiene una fuente de excitación en donde el elemento excitado es el mismo que se va a analizar, la radiación emitida va a ser captada únicamente por el elemento que es idéntico al de la fuente luminosa. Por ejemplo: si se desea cuantificar Zn en una flama, se hace irradiar ésta con radiación emitida por átomos de Zn; ésta va a ser absorbida únicamente por los átomos de Zn que se encuentran en la flama y no por los átomos de cobre, cadmio o níquel o algún otro elemento presente, ya que la radiación que pasa por la flama corresponde únicamente a los niveles energéticos del Zn.

Lámpara de cátodo hueco

Este tipo de fuente de radiación es de las ampliamente difundidas en la EAA. La lámpara de cátodo hueco (LCH o HCL [Hollow Cathode Lamp]) consiste de un cilindro de vidrio sellado al vacío y con un gas inerte en su interior como se observa en la figura 2. Dentro de este mismo cilindro se encuentran dos filamentos; uno de ellos es el cátodo y el otro el ánodo. El ánodo generalmente es un alambre grueso hecho de níquel o tungsteno, el cátodo es en forma de un cilindro hueco, en el interior del cual se encuentra depositado en forma de una capa el elemento metálico que se va a excitar.

También regularmente y cuando esto es posible el cátodo está enteramente hecho del metal a analizar.

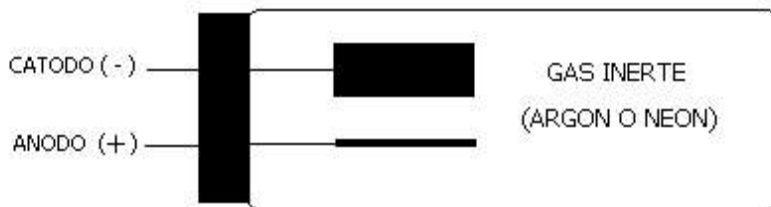


Fig. 2 Lámpara de cátodo hueco.

El cátodo es la terminal negativa y el ánodo es la positiva, cuando se aplica una diferencia de potencial entre las dos terminales ocurre una serie de eventos que son descritos a continuación:

- Por efecto del voltaje aplicado entre los dos electrodos ocurre una descarga eléctrica. Si el cátodo consiste de dos electrodos paralelos o de un cilindro hueco, bajo circunstancias adecuadas la mayor parte de la descarga ocurre dentro del cátodo.
- Estas descargas eléctricas aumentan la energía cinética y favorecen la ionización de las moléculas de gas inerte. Estas especies ionizadas requieren carga positiva, por lo cual son atraídas hacia el cátodo.
- Al chocar los iones de gas inerte (Ar^+ en este caso) con las paredes del cátodo, son desprendidos átomos del metal de que está el cátodo o depositado sobre la superficie del mismo.
- Después de desprenderse del cátodo, los átomos producidos son excitados por choques moleculares con los iones y átomos de argón.
- Los átomos excitados no pueden permanecer indefinidamente en un estado de energía superior y procede el paso de emisión electromagnética.

A través de esta serie de procesos se obtiene un haz de radiación bien concentrado, ya que casi la totalidad de los eventos ocurren dentro del cátodo de la lámpara. También el resultado final es la obtención de un espectro característico del elemento del que está hecho el cátodo de la lámpara.

Lámparas individuales y de multielementos

En el caso de las lámparas de cátodo hueco, es posible tener lámpara individual de multielementos. Cuando existe la seguridad de que no hay interferencias espectrales interelementos y cuando las propiedades metalúrgicas son adecuadas para hacer la aleación necesaria se pueden construir cátodos con más de un elemento metálico. De esta forma una lámpara puede servir para determinar uno, dos, tres o hasta seis elementos.

El costo de una lámpara de multielementos, es menor a la suma del costo de cada una de las diferentes lámparas individuales, desafortunadamente este tipo de lámparas tienen grandes inconvenientes, entre ellos principalmente el que el haz de radiación producido no tiene la intensidad ni la pureza espectral que proporciona una lámpara individual. Otra gran desventaja que tienen, es que aún y cuando se emplee la lámpara para determinar un solo elemento, los elementos concomitantes también se están gastando sin obtener provecho de ellos.

Para elegir entre una lámpara de cátodo hueco individual y una de multielementos deben considerarse factores como: frecuencia de uso, grado de exactitud requerida en los resultados, presupuesto de laboratorio, etc.

Nebulizador

Cuando una solución acuosa de sales inorgánicas disueltas es aspirada y dirigida hacia una flama, en esta ocurre una serie de eventos que conducen a la formación de átomos en la misma. El quemador de premezclado o de flujo laminar tiene la siguiente secuencia de pasos en su operación: inicialmente la muestra líquida debe ser conducida al quemador. Para esto se hace uso del efecto Venturi.

Este efecto se crea cuando el oxidante (por ejemplo aire) se introduce a través de un tubo diseñado de manera tal que se genera un vacío lo cual produce la succión de la muestra líquida a través del tubo capilar. Este mismo efecto Venturi favorece la formación de pequeñas gotas en forma de rocío, cuando la solución se hace impactar sobre un cuerpo sólido de diseño y geometría adecuada. El combustible necesario,

(generalmente acetileno) se introduce directamente a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional.

Debido a que el oxidante que se introduce a través del nebulizador para el efecto Venturi no es suficiente para una adecuada combustión, el resto requerido se introduce también a la cámara del nebulizador por medio de un conducto adicional. El resultado es que el quemador lleva finalmente una mezcla oxidante (aire) y combustible (acetileno) que transportan pequeñas gotas de rocío de la muestra aspirada.

Otras de las líneas conectadas a la cámara del nebulizador es el tubo de drenaje. La finalidad de este es desechar las gotas que por su tamaño grande condensan en el deflector de flujo o esfera de impacto. La eficiencia y el grado en que la solución aspirada forma pequeñas gotas de rocío son sumamente importantes ya que la reproductibilidad y la sensibilidad de esta técnica dependen en gran parte de este paso en la operación del nebulizador.

Las pequeñas gotas formadas, son arrastradas por el flujo de gases (oxidante y combustible) que también entran a la cámara de mezclado del nebulizador y que sustentan la reacción de combustión en el quemador. Únicamente las partículas que tienen tamaños menores de 10 μm , lo que representa solo una pequeña fracción del volumen de muestra aspirada llega finalmente al quemador, más del 90% de la solución es desechada a través de un tubo de drenaje en que el nebulizador tiene para este fin.

La intención de esto es evitar que partículas demasiado grandes alcancen el quemador. Cuando esto ocurre, debido a que el tiempo de residencia de la gota en la parte más caliente de la flama es de únicamente milésimas de segundo, si la gota es demasiado grande, no se alcanzan a formar átomos a partir de esta, y es muy probable que se originen falsas absorbancias y que la flama sea demasiado ruidosa tanto desde el punto de vista audible como electrónico.

Quemador

Con las gotas de solución que alcanzan a llegar al quemador ocurren los siguientes eventos:

- El solvente es vaporizado y se forman los cristales de las sales metálicas que originalmente se encontraban en solución como iones positivos y negativos. La naturaleza de las sales formadas dependen principalmente de la constante de producto de solubilidad del compuesto que cristaliza.

- Una vez formadas las sales, estas son descompuestas por efecto de la temperatura. Y el elemento es reducido al estado metálico sólido.
- Posteriormente el metal pasa del estado líquido al estado gaseoso y finalmente se tiene en un vapor atómico que es capaz de absorber radiación de longitudes de onda bien definidas.
- Si la temperatura es lo suficientemente alta y/o el elemento metálico es de bajo potencial de ionización, parte de los átomos del elemento pierden uno o más de sus electrones y se ioniza parcialmente. Esto no es conveniente ya que la ionización es una interferencia en EEA.

Tipos de llamas

Aunque a lo largo del desarrollo de la EAA se han utilizado diferentes combinaciones de gases para producir la reacción de combustión en el quemador (ejemplo: oxígeno-acetileno, aire-hidrógeno, oxígeno-hidrógeno, etc.), las únicas combinaciones que hoy en día se emplean con fines prácticos son las flamas: aire propano, aire-acetileno, óxido nitroso-acetileno.

Las flamas recomendadas aparecen en la parte inferior de cada elemento que están mostradas en la figura 3 y tiene el siguiente significado: 0, no requiere flama; 1, flama aire-acetileno; 1+, flama aire-acetileno, rica en combustible; 2, flama aire-propano; 3, flama acetileno-óxido nitroso. En el caso de los elementos alcalinos se tiene el problema de que se ionizan fácilmente en flamas de alta temperatura, como aire-acetileno lo cual es una interferencia en la EAA.

Para esto se utiliza un supresor de ionización, o se emplea una flama de menor temperatura, como lo es la flama de aire-propano y se determina el elemento por Espectroscopia de Emisión de Flama. Los métodos para evitar la ionización excesiva son: usar un supresor de ionización, una flama apropiada, la energía adecuada de la lámpara y que el analito no se encuentre en exceso.

Li	Be											B							
670.8 1,2	234.9 1+ .3											249.7 3							
Na	Mg											Al	Si						
589 589.6 1,2	285.2 1+											309.3 1+ .3	251.6 1+ .3						
K	Ca	Se	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se				
766.5 1+ .2	422.7 1	391,2 3	364.3 3	318.4 3	357.9 1+	279.5 1,2	248.3 1	240.7 1	232.0 1,2	324.8 1,2	213.9 2	287.4 1	265.2 3	193.7 1	196.0 1				
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo		Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te				
780.0 1,2	460.7 1+	407.7 3	360.1 3	405.9 3	313.3 1+		349.9 1	343.5 1,2	244.8 247.6 1,2	328.1 2	228.8 2	303.9 1,2	286.3 224.6 1	217.6 1,2	214.3 1				
Ca	Ba	La	Hf	Ta	W	Re		Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Ni					
852.1 1	553.6 1+ .3	392.8 3	307.2 3	271.5 3	400.8 3	316.0 3		264.0 1	265.9 1,2	248.2 1+ .2	185.0 253.7 0,1,2	377.6 276.8 1,2	217.0 283.3 1,2	223.1 1,2					
							Nd		Sm	Eu	Gd	Tb	Dy	Ho	Er	Tm	Yb	Lu	Pr
							463.4 3		429.7 3	459.4 3	368.4 3	432.6 3	421.2 3	410.3 3	400.8 3	410.6 3	398.8 3	331.2 3	495.1 3
							U												
							351.4 3												

Fig.3 Elementos susceptibles de determinarse por EAA, así como las líneas de absorción más intensas y las flamas recomendadas.

Interferencias espectrales

Las interferencias espectrales son originadas, por señales alteradas de la longitud de onda de radiación electromagnética seleccionada. Esta alteración tiene diferentes orígenes y son los siguientes.

a) *TRASLAPAMIENTO DE LINEAS ATOMICAS.*

En EAA se hace incidir radiación de longitud de onda que corresponde exactamente a la longitud de onda requerida para efectuar una transición específica en los átomos de la especie absorbente. Aunque en teoría existe la posibilidad de que otra especie atómica que no es la que se está analizando absorba la radiación incidente, esta posibilidad es sumamente difícil de que se llegue a presentar debido a que las líneas de absorción de los átomos son sumamente agudas, además de que se tiene bien documentada toda la información de las líneas espectrales de los diferentes elementos, por lo cual casi siempre se sabe de antemano cuando pudiese llegar a ocurrir esta eventualidad.

b) INTERFERENCIA POR DISPERSIÓN POR PARTICULAS

Cuando la solución aspirada hacia el quemador tiene un gran número de sólidos disueltos, es probable que se tenga interferencia por dispersión por partículas. Este tipo de interferencia se debe a que si el número de partículas sólidas que llegan al quemador es demasiado grandes es posible que no ocurra en forma completa todos los pasos que producen la descomposición de las partículas que se encuentran en solución.

c) INTERFERENCIA POR TRASLAPAMIENTO DE BANDAS MOLECULARES

Por matriz de la muestra se entiende todo lo que acompaña al analito; el entorno en que se encuentra éste. Por ejemplo: en una muestra de agua, la matriz es el agua y todos los demás sólidos disueltos y en suspensión que se encuentran en la misma. El analito, es el elemento que se va a cuantificar.

Se dice que la matriz es muy compleja ya que tiene gran cantidad de componentes químicos y de sólidos disueltos y/o en suspensión. La interferencia por bandas moleculares ocurre cuando la matriz tiene en cantidades grandes, compuestos moleculares sumamente complejos; por ejemplo: una muestra de orina o de sangre. Al quemarse la muestra en la flama, los componentes orgánicos que se encuentran en la matriz de la muestra producen compuestos y radicales que son potenciales absolvedores de radiación electromagnética.

Si las bandas de absorción de estos compuestos caen dentro del rango de la línea de absorción del elemento a determinar, se tendrá una interferencia de tipo espectral, ya que se registrará una falsa absorbancia.

Interferencias no espectrales

Las interferencias no espectrales son aquellas que causan errores y que pueden dar origen a lecturas mayores o menores a los valores normales. Las interferencias de este tipo son las que se detallan a continuación:

a) INTERFERENCIA POR IONIZACIÓN

En la flama ocurren una serie de eventos que conducen a la formación de átomos a partir de compuestos en solución, sin embargo, cuando la temperatura de la flama es muy alta y/o el elemento pierde fácilmente uno o más de sus electrones

más exteriores ocurre la ionización. La ionización es indeseable debido al error que causa en las lecturas del analito.

Considérese el caso del Sodio atómico y del Sodio ionizado; en este último caso el Sodio ha perdido su electrón más externo y se encuentra cargado positivamente. Espectroscópicamente las dos formas de Sodio son completamente diferentes por lo que al hacer incidir radiación de longitud de onda específica esta será absorbida por Sodio atómico más no por el sodio ionizado, ya que los niveles energéticos de este son diferentes.

Obviamente esto conlleva a una subestimación en la lectura del analito. La ionización se presenta en los alcalinos, alcalinotérreos, lantánidos y algunos otros elementos de bajos potenciales de ionización.

b) INTERFERENCIA POR PROPIEDADES FISICAS DE LAS SOLUCIONES

Para que dos soluciones de la misma concentración den iguales lecturas de absorbancia deben tener la misma velocidad de aspiración hacia la flama y la proporción de líquido aspirado que finalmente llega al quemador debe ser constante. Considérese por ejemplo que se va a determinar contenido de calcio en una miel. Lógicamente la muestra sin diluir no puede ser aspirada directamente, ya que no puede ser succionada a través del capilar del nebulizador.

Si esta se diluye se puede lograr que la muestra sea aspirada, pero al emplearse estándares de calcio preparados con alguna sal de calcio y agua destilada, la proporción de solución aspirada que llega al quemador es diferente en muestras y estándares. Para corregir por este efecto se emplea la técnica de adición de estándar con la finalidad de homogenizar las propiedades físicas de estándares y muestras.

c) INTERFERENCIAS POR VOLATILIZACIÓN DE SOLUTO

El solvente que acompaña al analito y demás sales, es evaporado en la cámara de nebulización o inmediatamente después de que ha alcanzado la flama, por lo que ocurre en la parte más baja del quemador la formación de partículas sólidas que posteriormente se descompone hasta la formación de átomos y entidades más

simples. Posteriormente a la solvatación y formación de partículas sólidas, ocurre la descomposición de las sales y la formación de átomos.

Esto no siempre ocurre así, cuando las sales formadas son de carácter refractario, esto es resisten la descomposición a átomos y entidades más simples si la temperatura no es lo suficientemente alta. La formación de entidades químicas de resistencia a la volatilización en flamas comunes origina interferencias, ya que no permiten que el analito sea atomizado eficientemente.

Análisis cuantitativo

El análisis cuantitativo en espectroscopia de absorción atómica es semejante al realizado en espectroscopia UV y Vis. Para esto se prepara una serie de estándares y se hace una curva de calibración con base a esta gráfica se determina la concentración de las soluciones problema.

La espectrofotometría de absorción atómica ha desplazado casi completamente a la fotometría de flama, debido a que esta última es más susceptible de interferencias y la sensibilidad en ambos métodos es similar. La mayor aplicación de la fotometría de flama es en la detección de Sodio y Potasio. Por EAA es posible determinar más de 70 elementos. La espectroscopia de fluorescencia atómica es más sensible que estas dos técnicas espectroscópicas, sin embargo, requiere de fuentes de radiación más intensas. Esta técnica produce mayores efectos de interferencia y este es otro factor limitante de la fluorescencia atómica.

2.4. Cartas de control ^[10,11,12]

Entre las más importantes herramientas en el control estadístico de la calidad es la gráfica o carta de control, también llamada gráfica de Shewart, por ser este economista quien la investigó y la puso en práctica aproximadamente en el año 1920.

Una de sus principales características es la capacidad de diferenciar las causas asignables de las no asignables de la variación de la calidad. Las gráficas de control son útiles para vigilar la variación de un proceso en el tiempo, probar la efectividad de las acciones de mejora emprendidas y para estimar la capacidad de un proceso.

Su uso posibilita el diagnóstico y corrección de muchas dificultades presentes en un proceso, en donde no sólo es necesario mejorar la calidad sino que también hay que reducir el desperdicio y el “re trabajo”.

En el control estadístico de la calidad se habla de un mejoramiento continuo, por esto las gráficas de control se deben utilizar en forma permanente para observar el comportamiento del proceso, aún cuando los resultados revelen que se trata de un proceso estable, ya que se puede lograr mayor uniformidad modificando el proceso básico a través de ideas correctivas.

Los diagramas de control de variable son utilizados en parejas, porque mientras uno controla la variación de un proceso, el otro verifica el promedio del mismo. Es aconsejable analizar primero el diagrama de la variabilidad, ya que si este indica la presencia de condiciones fuera de control, la interpretación del diagrama al promedio será incorrecta.

Las cartas de control se elaboran teniendo en cuenta los siguientes pasos:

- **Definir la característica de la calidad a evaluar**

La variable deberá ser medible y expresable en números, por lo general están expresadas en función de longitud, masa, tiempo, corriente eléctrica, temperatura, etc.

- **Escoger el subgrupo racional**

Los datos que se reúnen en forma aleatoria no se los considera racionales, un subgrupo racional es aquel en el que la variación que se produce dentro del grupo mismo se debe a causas fortuitas; esa variación sirve para calcular los límites de control y la variación entre un subgrupo y otro sirve para evaluar la estabilidad a largo plazo.

- **Reunir los datos necesarios:**

Los mismos se deben registrar en tablas sencillas para facilitar los cálculos de \bar{x} , R y s .

- **Calcular la línea central de ensayo y los límites de control**

Según los parámetros estadísticos conocidos, las ecuaciones a utilizar son mostradas en la tabla 1:

Tabla1. Ecuaciones para calcular la línea central y los límites de control

Método	Gráfica \bar{x}	Gráfica R	Gráfica s
μ_x y σ_x conocidas	$CL = \mu_x$ $UCL_{\bar{x}} = \mu_x + A\sigma_x$ $LCL_{\bar{x}} = \mu_x - A\sigma_x$	$CL = d_2\sigma_x$ $UCL_R = D_2\sigma_x$ $LCL_R = D_1\sigma_x$	$CL = \bar{s} = c_4\sigma_x$ $UCL_s = B_6\sigma_x$ $LCL_s = B_3\sigma_x$
μ_x y σ_x estimadas a partir de \bar{x} y R	$CL = \bar{\bar{x}}$ $UCL_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} + A_2\bar{R}$ $LCL_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} - A_2\bar{R}$	$CL = \bar{R}$ $UCL_R = D_4\bar{R}$ $LCL_R = D_3\bar{R}$	
μ_x y σ_x estimadas a partir de \bar{x} y \bar{s}	$CL = \bar{\bar{x}}$ $UCL_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} + A_3\bar{s}$ $LCL_{\bar{x}} = \bar{\bar{x}} - A_3\bar{s}$		$CL = \bar{s}$ $UCL_s = B_4\bar{s}$ $LCL_s = B_3\bar{s}$

- **Representar gráficamente las cartas de control**

Se realizan con software específico para estadística. Los gráficos consisten en trazar una línea central continua, con los parámetros de \bar{R} , \bar{s} o $\bar{\bar{x}}$, y las líneas de los límites superiores e inferiores en línea discontinua y por medio de puntos o marcas, se dibujan los datos.

- **Considerar y evaluar de los resultados obtenidos**

Las gráficas de control determinan si el proceso es “*estable o bajo control*” o si se encuentra “*fuera de control*”. Se puede decir que un proceso está fuera de control en los siguientes casos:

- Existen puntos fuera de los límites de control.
- Existen 7 puntos consecutivos de un mismo lado de la línea central.
- Existen 7 puntos consecutivos en orden ascendente o descendente.
- Existen 2 o 3 puntos consecutivos demasiado cerca de uno de los límites de control.
-

3. JUSTIFICACION

Actualmente en el mundo hay una constante competencia entre diferentes instituciones y empresas que ofrecen productos o servicios a las personas. Si uno desea lanzar al mercado un nuevo producto u ofrecer un servicio y estar al nivel de las grandes empresas e instituciones debe ofrecer un producto o servicio de gran calidad. Para poder evaluar la calidad de los diferentes productos o servicios se crearon una serie de normas que son conocidas como el control de calidad.

En el laboratorio químico del IGEMA se realizan análisis para personas dentro y fuera de la universidad, todos ellos regidos bajo un control de calidad estricto.

En el presente trabajo se mostraran experimentos que se realizaron en el laboratorio químico del IGEMA y que son comunes en la carrera de Ciencias Químicas, pero que están basados en normas internacionales del control de calidad.

4. OBJETIVOS

4.1. Objetivo General

Conocer y familiarizarse con todos los procedimientos y normas exigidas en el laboratorio de control de calidad IGEMA.

4.2. Objetivos específicos

- Apoyar en todas las tareas asignadas por el personal del laboratorio.
- Fortalecer los conocimientos adquiridos en la carrera aplicándolos en un laboratorio de control de calidad.
- Obtener destreza en la calibración y el manejo de equipos en el laboratorio.

5. CARACTERISTICAS DEL LABORATORIO (IGEMA)

5.1 Personal:

- Jefe de laboratorio: Lic. Cristian Herbas
- Responsable del Laboratorio de Instrumentación: Lic. Pablo Morales
- Responsable del Laboratorio de fisicoquímica: Lic. Julio Cesar Calderón

5.2 Presentación del laboratorio:

Cuenta con los medios humanos y técnicos para analizar todo tipo de matriz; minerales, suelos, lodos, aguas, aire entre otros. Es un laboratorio con una gran experiencia a la investigación y a empresas dedicadas a diferentes actividades. Desde el año 2003, participa en ensayos de aptitud ínter laboratorios; su participación está enfocada al aseguramiento de la calidad de los servicios que ofrece.

5.3 Principales servicios de Análisis

a) Análisis físico-químico general.

- Análisis de aguas al consumo humano (parámetros según la ley del medio ambiente).
- Análisis de aguas residuales (DQO, DBO₅, Materias de suspensión, N total, P total).
- Lodos (parámetros definidos por los clientes).
- Análisis de suelos (Materia orgánica, Nitrógeno, Fósforo, Potasio).
- Análisis de minerales (parámetros definidos por los clientes).

b) Análisis de trazas

Las técnicas de ICP-OES (ver anexo 4) y Absorción Atómica (AA) para los parámetros inorgánicos (metales), junto con la cromatografía para los parámetros aniónicos, nos permiten llegar a cuantificar compuestos a niveles de ppb ($\mu\text{g/L}$) y ppt (ng/L).

5.4 Alcance y campo de aplicación.

Tiene como alcance, todas las actividades del sistema de gestión de calidad del Laboratorio Químico del IGEMA-UMSA.

Este laboratorio tiene como documento de gestión de calidad un campo de aplicación:

- Las actividades técnicas desarrolladas por el Laboratorio Químico del IGEMA-UMSA.
- Las actividades que bajo características contractuales, requieran auditar externa e internamente al Laboratorio Químico IGEMA-UMSA.
- La acreditación del laboratorio químico del IGEMA-UMSA tiene alcance para los parámetros de mediciones siguientes:

MATRIZ AGUAS: pH, Conductividad, Cloruros, Hierro, Plomo, Arsénico, Manganeso, Nitritos, Nitratos y Sulfatos.

5.5 Dirección

Calle 27, Cota Cota Campus Universitario. Tel: (02) 2793392, (02) 2790253.

6. ACTIVIDADES REALIZADAS EN EL LABORATORIO

De acuerdo a los objetivos definidos anteriormente mis actividades y responsabilidades realizadas fueron las siguientes.

- Toma de temperaturas y de humedad relativa de todos los ambientes dentro del laboratorio a horas: 8:30, 11:30 y 14:30, durante todos los días de trabajo de la semana.
- Determinación de carbonatos por alcalimetría.
- Extracción sólido - líquido con benceno y análisis de espectros UV- Visible.
- Manejo, calibración y análisis de plomo en muestras de quinua por absorción atómica
- Preparación de muestras de suelo para análisis.
- Elaboración de cartas de control de temperaturas y humedad relativa.

7. METODOLOGIAS

7.1 DETERMINACIÓN DE CARBONATOS POR ALCALIMETRÍA.

• Equipos y materiales

- 3 Matraces Erlenmeyer de 100 ml.
- 1 Probeta de 100 ml.
- Mangueras.
- Solución de HCl de 0,1 N.
- Muestra de mármol P.A.
- Muestra de carbonato de sodio P.A.
- Muestra de arcilla # 6.
- Muestra de arcilla # 7.
- Muestra de arcilla # 8.
- Muestra de arcilla # 9.
- Muestra de arcilla #10.

• Procedimiento

El procedimiento para la determinación de carbonatos es mostrado en la figura 4.

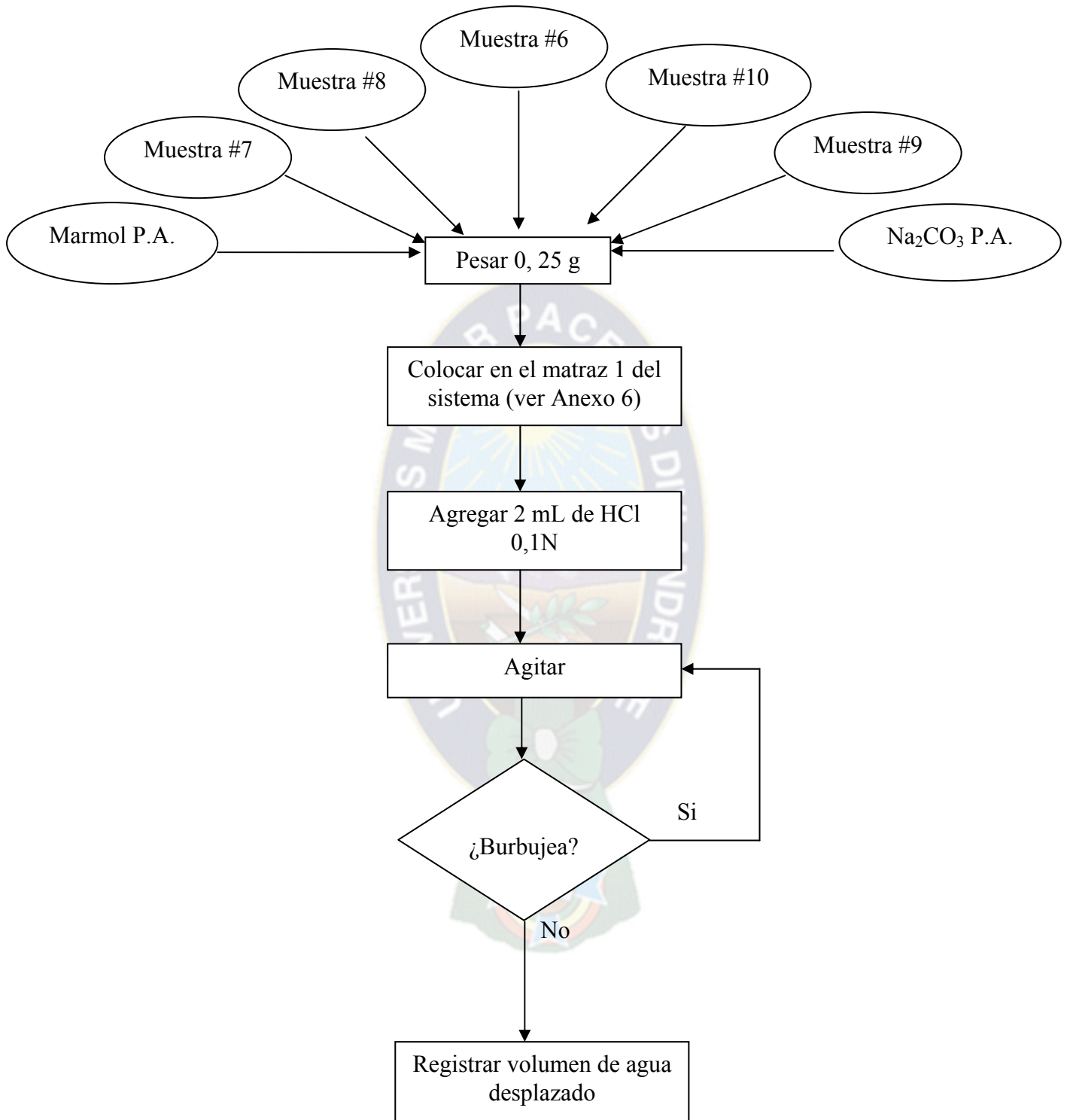


Fig.4 Diagrama de flujo para la determinación de carbonatos

7.2 EXTRACCIÓN SÓLIDO - LÍQUIDO CON BENCENO Y ANÁLISIS DE ESPECTROS UV- VISIBLE.

- **Equipos y materiales**
 - 3 muestras de piedras diferentes.
 - Benceno.
 - Embudos de separación.
 - Embudo de filtración y papel filtro.
 - Soporte para embudos.
 - Espectrómetro UV – Visible.

- **Procedimiento**

El procedimiento para la extracción con benceno y análisis de espectros UV-Vis es mostrado en la figura 5.

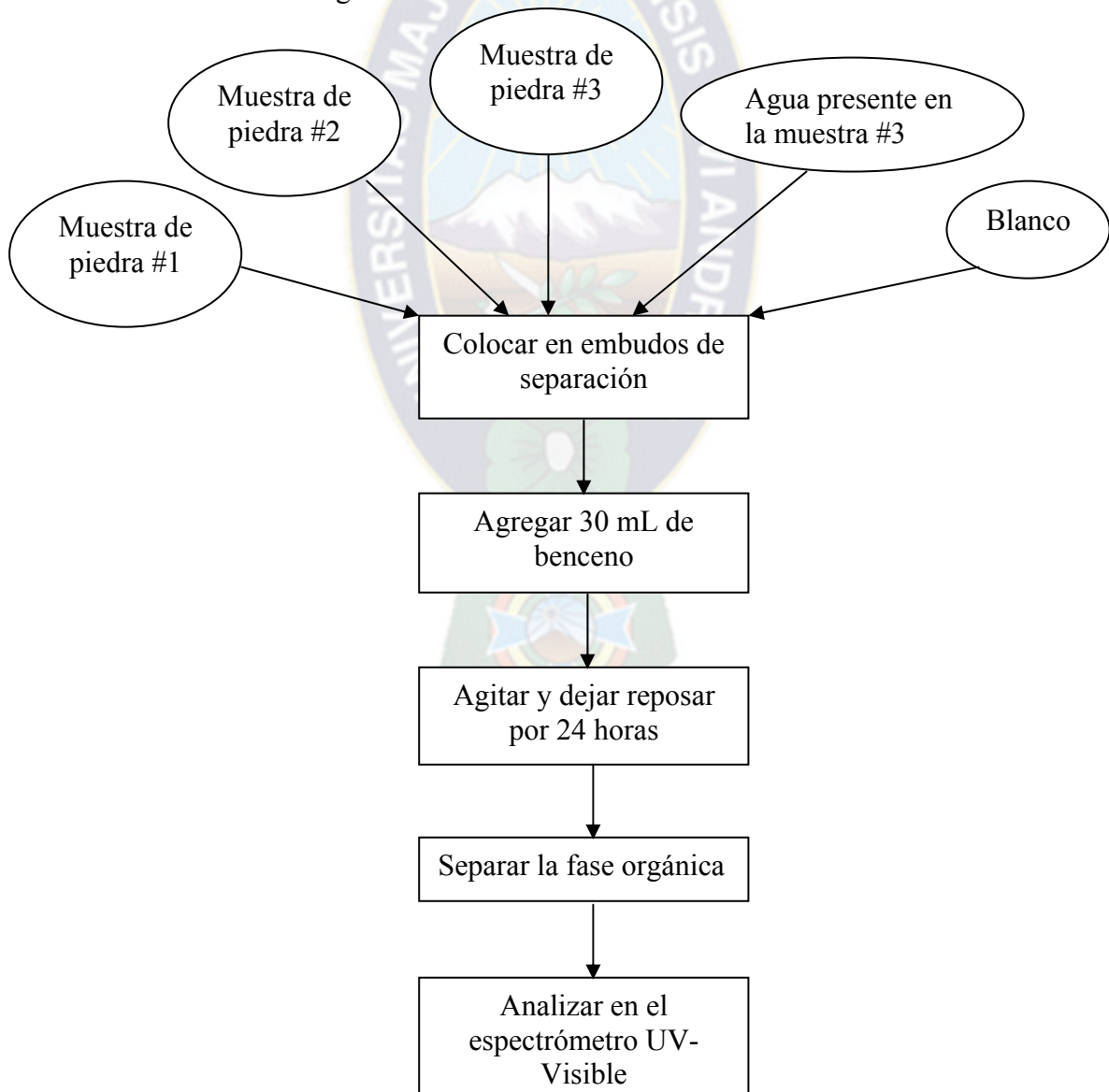


Fig.5 Diagrama de flujo para la extracción y análisis en espectroscopia UV-VIS

7.3 MANEJO Y CALIBRACIÓN UTILIZANDO PATRONES POR ABSORCIÓN ATÓMICA.

- **Equipos y materiales**

- Matraces volumétricos de 100 ml.
- Pipetas volumétricas de 1, 2, 4 y 5 ml.
- Agua destilada.
- Solución de estándares de calibración de cada metal de 100 ml de concentración 100 ppm.
- Espectrómetro de Absorción Atómica Hitachi 180 30.

- **Procedimiento**

El procedimiento para la el manejo y calibración del espectrómetro de absorción atómica es mostrado en la figura 6.

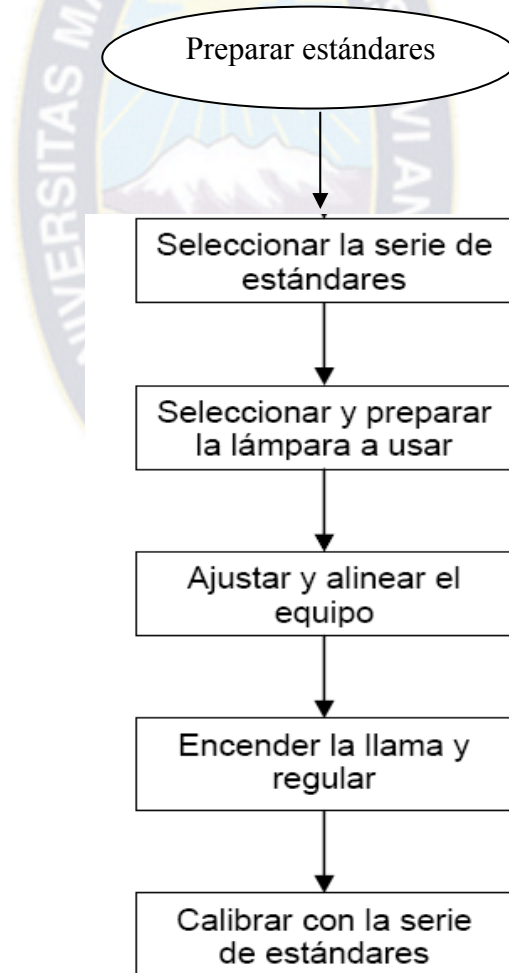


Fig.6 Diagrama de flujo para el manejo y calibración del espectrómetro de absorción atómica

7.4 PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE SUELO PARA ANÁLISIS.

- **Equipos y materiales**
 - 3 muestras de piedras diferentes.
 - Mortero de titanio.
 - Mortero de ágata.
 - Agua destilada.

- **Procedimiento**

El procedimiento para la preparación de muestras de suelos es mostrado en la figura 7

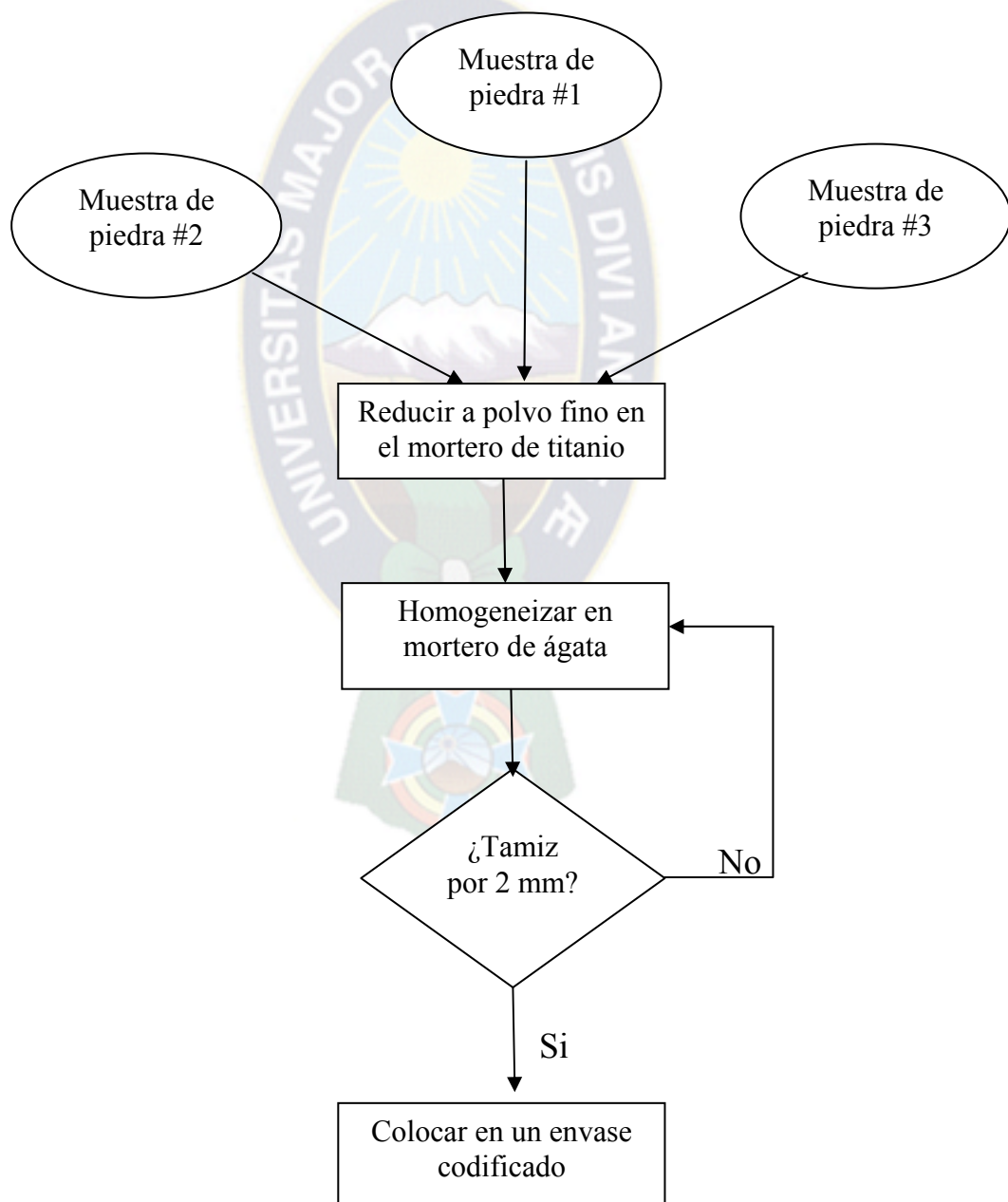


Fig.7 Diagrama de flujo para la preparación de muestras de suelos

8. RESULTADOS

8.1 Alcalimetría

Después de haber realizado el experimento con todas las muestras se obtuvieron los siguientes datos tal como se muestra en la tabla 2:

Tabla 2. Volumen de agua desplazado después de la reacción de HCl con las muestras

Muestra	Vol. H ₂ O (mL)
6 A	57
6 B	54,5
7 A	81,5
7 B	85
8 A	81
8 B	83
9 A	85
9 B	88
10 A	90
10 B	89
Mármol A	86
Mármol B	87,5
CaCO ₃ A	92
CaCO ₃ B	91

Para calcular el porcentaje de carbonatos en la muestra se debe calcular la masa de CO₂ utilizando la formula $PV = nRT$ (1).

Transformando la ecuación (1) obtenemos:

$$m = \frac{PVM}{RT}$$

Donde: P es la presión atmosférica
 V es el volumen desplazado
 M es la masa molecular
 R es la constante universal de los gases
 T es la temperatura

Para la muestra 6:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,0056 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,01004 \text{ g CO}_2 = 0,01004 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,01004 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 55,77\%$$

Para la muestra 7:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,0083 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,01499 \text{ g CO}_2 = 0,01499 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,01499 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 83,27\%$$

Para la muestra 8:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,0082 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 296 \text{ K}} = 0,01476 \text{ g CO}_2 = 0,01476 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,01476 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 82\%$$

Para la muestra 9:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,00865 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,0156 \text{ g CO}_2 = 0,0156 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,0156 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 86,5\%$$

Para la muestra 10:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,00895 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,0161 \text{ g CO}_2 = 0,0161 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,0161 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 89,5\%$$

Para la muestra de mármol:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,00867 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,0156 \text{ g CO}_2 = 0,0156 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,0156 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 86,8\%$$

Para la muestra de CaCO₃:

$$m = \frac{1 \text{ atm} \times 0,00915 \text{ L} \times 44 \frac{\text{g}}{\text{mol}}}{0,082 \frac{\text{atmL}}{\text{Kmol}} \times 298 \text{ K}} = 0,0165 \text{ g CO}_2 = 0,0165 \text{ g CO}_3^2$$

$$\% \text{CO}_3^2 = \frac{0,0165 \text{ g}}{0,018 \text{ g}} \times 100\% = 91,5\%$$

8.2 Espectroscopía UV – Visible

Rango de medida: 175 – 350 nm

Blanco:

En el espectro del blanco donde solo se encontraba el benceno se observan dos de los tres picos característicos del benceno uno a 215 nm que es la banda primaria y otro a 250 nm que es la banda secundaria o bencenoide (ver anexo 2).

Estas dos bandas corresponden a transiciones $\pi \longrightarrow \pi^*$ que son características del benceno por ser un compuesto aromático (poseer dobles enlaces).

Agua:

En el espectro del agua que estaba mezclada con la muestra se observan los mismos dos pertenecientes al benceno. El agua absorbe a 167 nm y por lo tanto no aparece en el espectro. Dado que no hubo cambios en las longitudes de onda se puede implicar que el agua no contenía ningún compuesto de la muestra.

Sólido:

En el espectro del sólido hay una pequeña variación en el pico a 192 nm con respecto al blanco de benceno. Puede que sea un compuesto que se extrajo con el benceno. Por la región en la que aparece corresponde a una transición del tipo $n \longrightarrow \sigma^*$. Estas transiciones corresponde a hidrocarburos unidos a átomos con pares de electrones no compartidos como O, N, S, etc.

Bituminoso:

En el espectro del bituminoso se observa la misma variación pero con mayor intensidad. La diferencia entre este espectro y el espectro del sólido es que el pico se desplazó a la izquierda a 191,3 nm.

El pico también corresponde a una transición $n \longrightarrow \sigma^*$.

Pizarra:

En el espectro de pizarra se observan dos picos grandes muy diferentes a los picos del benceno. Estos se encuentran en 194,4 y 196 respectivamente. Ambos picos pertenecen a la transición electrónica

$n \longrightarrow \sigma^*$.

8.3 Preparación de estándares y espectroscopia de Absorción Atómica

Para 10 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 10\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 10\text{mL}$$

Para 5 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 5\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 5\text{mL}$$

Para 4 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 4\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 4\text{mL}$$

Para 3 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 3\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 3\text{mL}$$

Para 2 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 2\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 2\text{mL}$$

Para 1 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 1\text{ppm}}{100\text{ppm}} = 1\text{mL}$$

Para las soluciones siguientes utilizamos como solución madre la de 10 ppm

Para 0,5 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 0,5\text{ppm}}{10\text{ppm}} = 5\text{mL}$$

Para 0,4 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 0,4\text{ppm}}{10\text{ppm}} = 4\text{mL}$$

Para 0,3 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 0,3\text{ppm}}{10\text{ppm}} = 3\text{mL}$$

Para 0,2 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 0,2\text{ppm}}{10\text{ppm}} = 2\text{mL}$$

Para 0,1 ppm:

$$V = \frac{100\text{mL} \times 0,1\text{ppm}}{10\text{ppm}} = 1\text{mL}$$

Al medirlas en el espectrómetro de absorción atómica utilizando una lámpara de plomo todas los estándares tuvieron la repetitividad deseada además todos los estándares preparados tenían valores de absorbancia correspondientes a la concentración utilizada.

8.4 Cartas de control

En el laboratorio se realizaron cartas de control para las temperaturas que se registran diariamente pero para mostrar una carta de control se utilizara las temperaturas del mes de abril del 2010 tomadas del laboratorio denominado “Laboratorio instrumental” a tres diferentes horas (8:30, 11:30, 14:30), cuyos datos se encuentran en la tabla 3.

Tabla 3. Temperaturas del mes de abril del 2010

Fecha	T₁	T₂	T₃	T	σ
01/04/2010	16,90	17,40	18,10	17,47	0,60
05/04/2010	18,00	18,10	18,70	18,27	0,38
06/04/2010	17,80	18,00	18,50	18,10	0,36
07/04/2010	17,50	17,80	18,80	18,03	0,68
08/04/2010	17,90	18,20	18,60	18,23	0,35
09/04/2010	17,60	17,80	18,50	17,97	0,47
12/04/2010	17,10	17,30	18,00	17,47	0,47
13/04/2010	16,80	17,40	17,70	17,30	0,46
14/04/2010	16,40	16,50	16,80	16,57	0,21
15/04/2010	16,30	16,60	17,30	16,73	0,51
16/04/2010	17,00	16,90	17,10	17,00	0,10
19/04/2010	17,80	18,10	18,60	18,17	0,40
20/04/2010	17,70	18,10	18,50	18,10	0,40
21/04/2010	18,10	18,40	18,70	18,40	0,30
22/04/2010	17,20	17,90	18,30	17,80	0,56
23/04/2010	17,20	17,60	18,00	17,60	0,40
26/04/2010	17,10	17,50	18,10	17,57	0,50
27/04/2010	17,30	17,60	18,10	17,67	0,40
28/04/2010	17,30	17,60	18,20	17,70	0,46
29/04/2010	17,80	18,00	18,50	18,10	0,36
30/04/2010	17,30	17,80	18,10	17,73	0,40

Obtuvimos el valor promedio de las temperaturas promedio y de las desviaciones estándar. El límite superior de control (LSC) y el límite inferior de control (LIC) se calculan sumando y restando tres veces el promedio de las desviaciones estándar al promedio de las temperaturas respectivamente, estos resultados son mostrados en la tabla 4.

Tabla 4 Valores de la línea central y los límites de control

σ media	0,42
Valor medio	17,71
LSC	18,97
LIC	16,46

Los datos mostrados en la tabla 4 y las temperaturas promedio mostrados en la tabla 3 , han sido graficados tal como se observa en la figura 8.

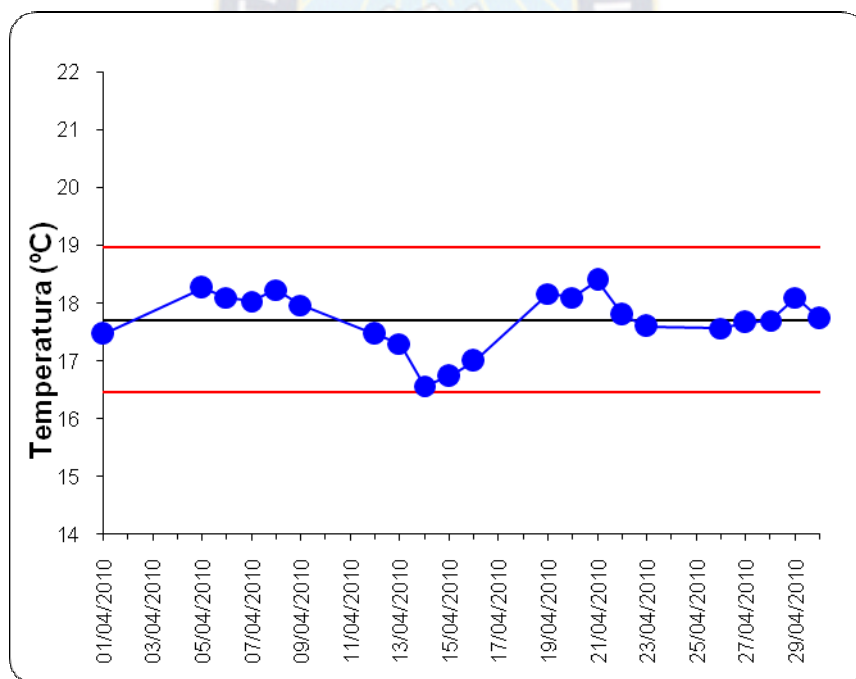


Fig. 8 Carta de control de temperaturas

Todos los puntos están dentro los límites de control, lo que indica que en el mes de abril las temperaturas estuvieron entre 16 y 19 °C. También indica que las temperaturas en el laboratorio denominado “Laboratorio Instrumental” fueron estables, el rango en que se trabajo están dentro de los límites permitidos de análisis.

9. CONCLUSIONES:

- Se ha cumplido con el cronograma y el plan de trabajo propuesto inicialmente, siguiendo las normas de control de calidad establecidas.
- Se cuenta con mayor conocimiento y experiencia en lo referente al laboratorio químico de servicios de análisis
- Se logró aplicar el conocimiento obtenido en la Carrera de Ciencias Químicas, en un laboratorio a nivel profesional e incluso se amplió la visión en lo que respecta al trabajo de un químico.
- Se aprendió a trabajar bajo un sistema establecido, colaborando con otros químicos y profesionales.
- Se ha logrado conocer varias normas de control de calidad en especial la Norma ISO 17025 (Ver anexo 5) referente a gestión de calidad.
- En alcalimetría, se determinó que las muestras de arcillas en su mayoría contienen más de 80% de carbonatos exceptuando la muestra 6 que sólo contienen un 56% de carbonatos.
- En el análisis por espectroscopia UV – Visible, se determinó que el compuesto orgánico presente en las muestras de piedras y que les otorgaba una viscosidad es un compuesto orgánico unido a un compuesto con pares de electrones libres como ser oxígeno o nitrógeno.
- Se comprobó que los patrones para la espectroscopia de absorción atómica estaban correctamente preparados, porque al analizar cada patrón en el equipo, se obtenía la concentración preparada.
- En la preparación de muestras de suelo se logró alcanzar el tamizado de 2 mm para cada muestra de piedras lo que posibilitó su posterior análisis. Si las muestras no alcanzaran el tamiz deseado se corre el riesgo de que algunas reacciones no ocurran como están establecidos.
- En el gráfico de las cartas de control se observó que aunque las temperaturas están muy dispersas de la temperatura media ninguna se sale de los márgenes establecidos. Esto se debe al diseño del laboratorio y a equipos como ventiladores que evitan una gran variación en la temperatura del laboratorio. Además el gráfico nos muestra que días son mas óptimos para trabajar y como varia la temperatura en los diferentes meses del año.

10. BIBLIOGRAFIA

- 1) Fernando Rojas, Sebastián Barrientos. Control de calidad. Santiago, Chile.
- 2) Liceo Palloti. Alcalimetría y acidimetría. Montevideo, Uruguay.
- 3) Luisa Villanueva Hinojos e Ing. Carlos Eduardo Rodríguez Terrazas. Manual de Prácticas de Laboratorio de Química Analítica.
- 4) Facultad de Química. Universidad de la Habana, Cuba. Departamento de Fisicoquímica. Cursos pregrado. Espectroscopia UV-Visible. Pág. 57, 58, 59.
- 5) Ing. José Dolores Lira Maas. Instituto tecnológico superior de Calkiní en el estado de Campeche. Ingeniería de los materiales. Métodos instrumentales. Ultravioleta y visible.
- 6) Rocha E. Principios básicos de espectroscopia. Editorial UACH, México (2000), pág. 123-203.
- 7) Skoog, D.A. James; Holler F. James. Principios de análisis instrumental. 5° ed.; Ed. McGraw-Hill (1998), págs. 219 -239.
- 8) Espectrofotometría de Absorción Atómica por llama directa, Métodos EPA-7020, 7040, 7090, 7130, 7190, 7200, 7210, 7380, 7420, 7460, 7480, 7520, 7910 y 7950, Sept./86.
- 9) Skoog, D. y Larry, J. Análisis Instrumental. Barcelona, España. McGraw Hill, 1994, 342 pp.
- 10) Silvio Andrés Mosquera, Jhon Jairo Narvaez. Uso de cartas de control para el análisis de calidad en manufactura de sacos de polipropileno. Facultad de ciencias agropecuarias. Vol. 4, No.1, Marzo 2006.
- 11) Adriana Noelia Poco, Stella Maris Farias. El control estadístico de procesos mediante las cartas de control. Análisis, diseño y aplicación de diferentes cartas de control para la calidad de los procesos y la mejora continua. Facultad de ciencias económicas.
- 12) Ana María Mustafá, Norma Rodríguez. Control de calidad: Cartas de control por variables. Universidad mayor de Catamarca, Argentina.
- 13) Erick Zagal, Angélica Sadzawka. Protocolo de métodos de análisis para suelos y lodos. Universidad de Concepción, Chile. Facultad de Agronomía.
- 14) Benjamin J. Mason. Preparation of soil sampling protocols: Sampling techniques and strategies. University of Nevada.
- 15) NMX-AA-132-SCFI-2006. Muestreo de suelos para la identificación y la cuantificación de metales y metaloides y manejo de muestra



ANEXO 1**Condiciones de lectura de metales por absorción atómica a la llama**

Elemento	Longitud de onda (nm)	Comb.	Oxid.	Corrección de fondo	Tipo de Llama	Rango de trabajo (mg/L)	LD estimado (mg/L)
Aluminio	324,7	Acetileno	Óxido Nitroso	No Requerido	Rica	5 a 50	0,5
Berilio	234,9	Acetileno	Óxido Nitroso	Requerido	Rica	0,05 a 2	0,005
Cadmio	228,8	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,05 a 2	0,005
Cromo	357,9	Acetileno	Óxido Nitroso	No Requerido	Rica	0,5 a 10	0,05
Cobalto	240,7	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,5 a 5	0,05
Cobre	324,7	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,2 a 5	0,02
Hierro	248,3	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,2 a 5	0,03
Plomo	283,3	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,5 a 10	0,3
Manganeso	279,5	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,1 a 3	0,01
Molibdeno	313,3	Acetileno	Óxido Nitroso	Requerido	Rica	0,5 a 10	0,1
Níquel	232	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,2 a 5	0,04
Vanadio	318,4	Acetileno	Óxido Nitroso	Requerido	Rica	2 a 50	0,2
Zinc	213,9	Acetileno	Aire	Requerido	Pobre	0,05 a 1	0,005

ANEXO 2
Espectro UV del benceno

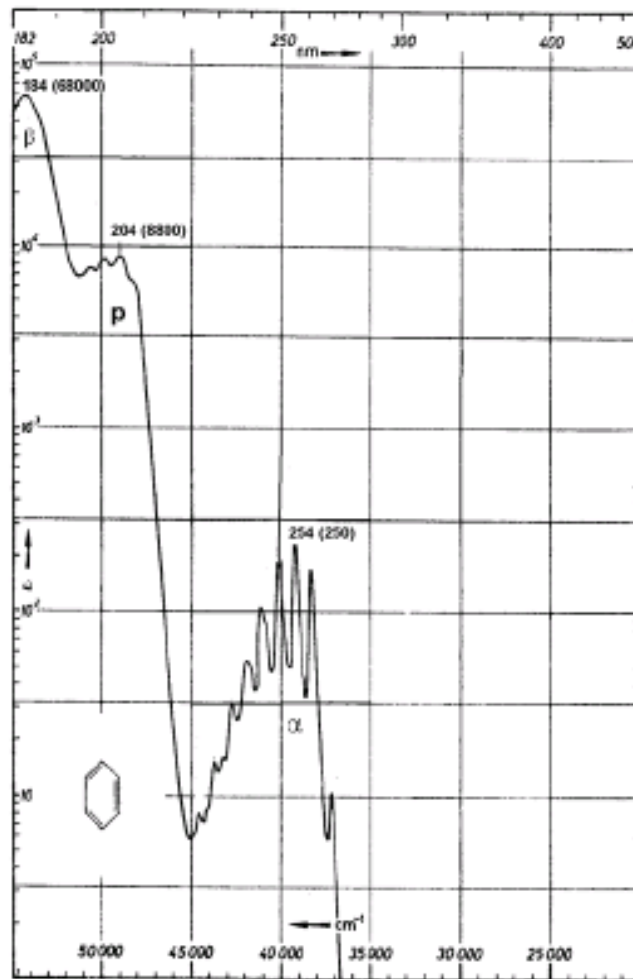
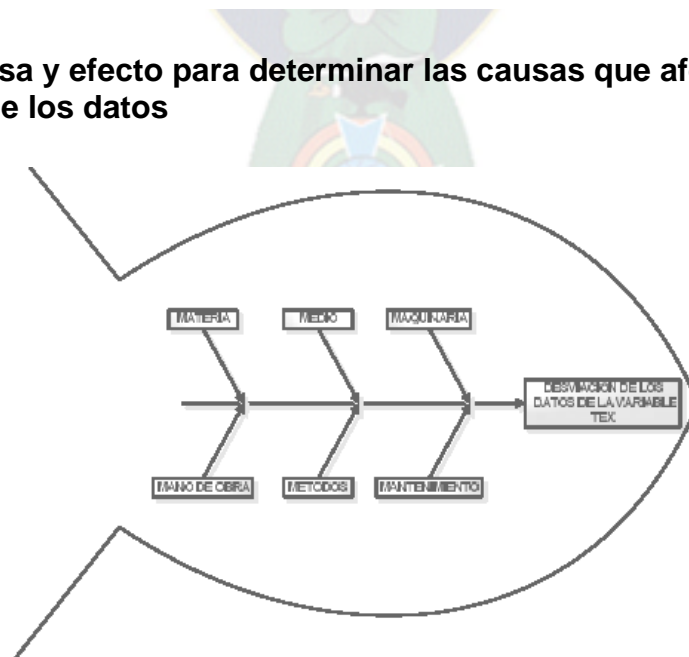
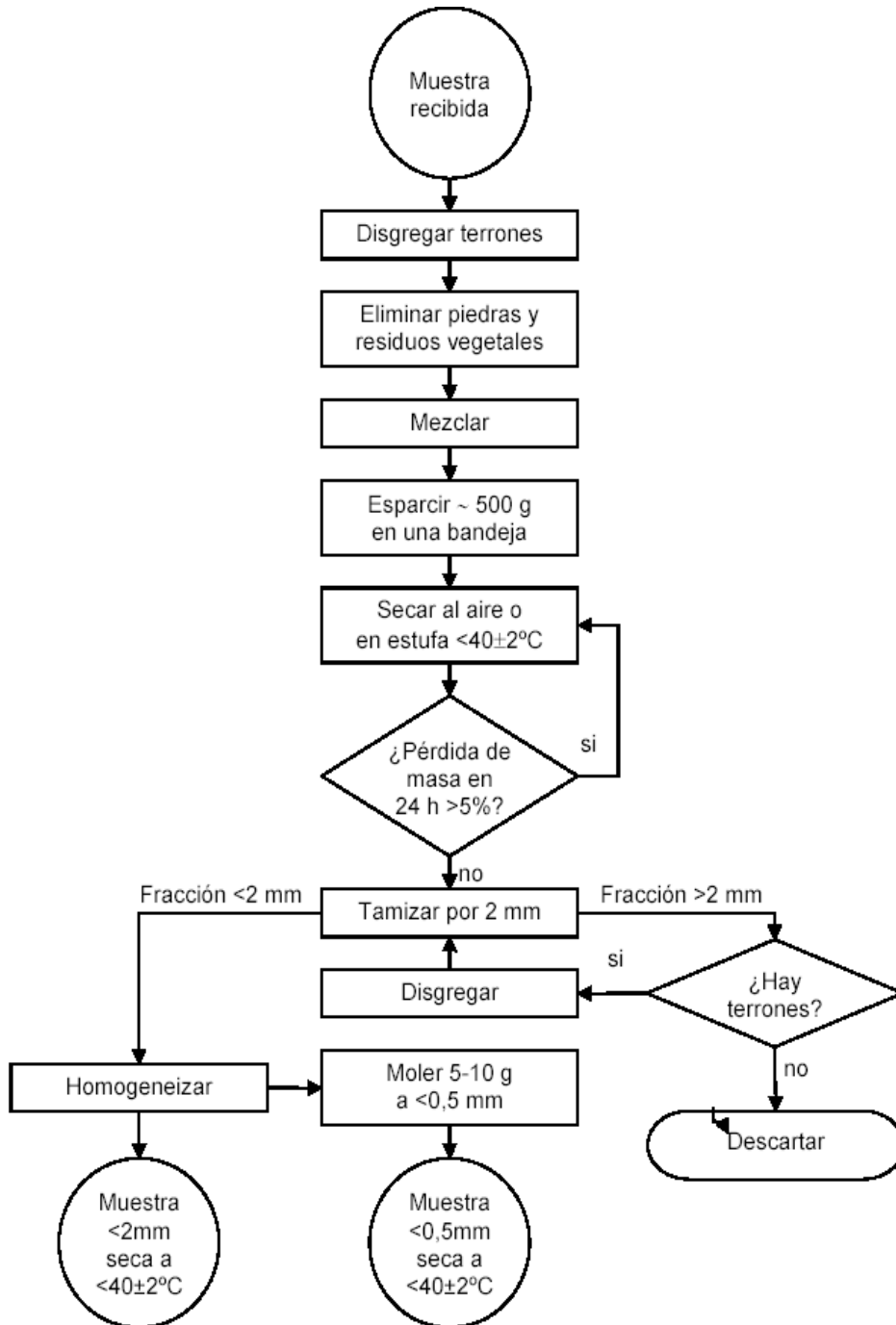


Diagrama causa y efecto para determinar las causas que afectan la uniformidad de los datos



ANEXO 3

Diagrama de flujo para la preparación de muestras de suelo



ANEXO 4

Espectroscopía ICP – OES

Mediante la espectroscopía de emisión con plasma de acoplamiento inductivo o ICP – OES (del inglés *inductively coupled plasma optical emission spectrometry*) es posible determinar de forma cuantitativa la mayoría de los elementos de la tabla periódica a niveles de traza y ultratrazas, partiendo de muestras en disolución acuosa. La muestra, en forma líquida, es transportada por medio de una bomba peristáltica hasta el sistema nebulizador donde es transformada en aerosol gracias a la acción de gas argón. Dicho aerosol es conducido a la zona de ionización que consiste en un plasma generado al someter un flujo de gas argón a la acción de un campo magnético oscilante inducido por una corriente de alta frecuencia. En el interior del plasma se pueden llegar a alcanzar temperaturas de hasta 8000 K. En estas condiciones, los átomos presentes en la muestra son ionizados/excitados. Al volver a su estado fundamental, estos iones o átomos excitados emiten radiaciones de una longitud de onda que es característica de cada elemento. Esta radiación pasa a través de un sistema óptico que separa la radiación según su longitud onda. A continuación un detector mide la intensidad de cada una de las radiaciones relacionando ésta con la concentración de cada elemento en la muestra.

APLICACIONES

Agricultura y alimentos

Determinación de metales y posibles contaminantes en suelos, fertilizantes, materias vegetales, alimentos, etc.

Análisis clínico

Determinación de elementos tóxicos en orina, sangre, heces, leche materna, tejidos.

Geología

Determinación de la procedencia de sedimentos y rocas a través de su composición.

Evaluación de la contaminación de suelos

Aguas

Determinación de metales y contaminantes en aguas continentales, potables, vertido, salmueras y aguas de mar.

ANEXO 5

Norma ISO 17025. Generalidades.

ISO (Organización Internacional de Normalización) e **IEC** (Comisión Electrotécnica Internacional) forman el sistema especializado para la normalización mundial. Los organismos nacionales miembros de ISO e IEC participan en el desarrollo de las Normas Internacionales a través de comités técnicos establecidos por la organización respectiva, para tratar con campos particulares de la actividad técnica. Los comités técnicos de ISO e IEC colaboran en campos de interés mutuo. Otras organizaciones internacionales, públicas y privadas, vinculadas a ISO e IEC, también participan en el trabajo.

En el campo de la evaluación de la conformidad, el Comité de ISO para la evaluación de la conformidad (CASCO) es responsable del desarrollo de Normas y Guías Internacionales. (Organización Internacional para la Estandarización, 2009)

Evolución de la ISO: ISO/IEC 17025

Internacionalmente, el proceso de estandarización de las actividades de los laboratorios de ensayo y calibración tuvo inicio con la publicación de la Guía 25 ISO/IEC en 1978, revisado posteriormente en 1993. En Europa, como esta Guía no se había aceptado, estaba en vigor la EN 45001 como norma para reconocer la competencia de los ensayos y calibraciones realizadas por los laboratorios. (Acreditación de Laboratorios de Calibración y Ensayo, 2003)

Tanto la Guía ISO 25 como la EN 45001 contenían aspectos cuyos niveles de detalle eran insuficientes para permitir una aplicación/ interpretación consistente y sin ambigüedades, como por ejemplo: el contenido mínimo que se debe presentar en la declaración de la política de la calidad del laboratorio, la posibilidad de rastreo de las mediciones, las operaciones relacionadas a los muestreos y el uso de medios electrónicos. Para suplir esas lagunas, la ISO inició en 1995 los trabajos de revisión de la Guía ISO 25 por medio del Working Group (WG 10) de la ISO/CASCO. (Bicho G. G y Valle B., 2000)

De dicha revisión resultó la norma ISO/IEC 17025 - Requisitos generales para la competencia de laboratorios de ensayo y calibración, oficialmente editada en diciembre de 1999 y publicada internacionalmente a principios del año 2000.

ISO/IEC 17025:1999

Esta norma establece los criterios para los laboratorios que desean demostrar su competencia técnica, que poseen un sistema de calidad efectivo y que son capaces de producir resultados técnicamente válidos (McIntyre, J. D. y Honsa., 2000).

Los principales objetivos de la 17025 son:

11. Establecer un patrón internacional único para testificar la competencia de los laboratorios para realizar ensayos y/o calibraciones, incluyendo muestreo. Tal patrón facilita el establecimiento de acuerdos de reconocimiento mutuo entre organismos de acreditación nacionales.
12. Facilitar la interpretación y la aplicación de los requisitos, evitando, al máximo posible, opiniones divergentes y conflictivas. Al incluir muchas notas que prestan aclaraciones sobre el texto, ejemplos y orientaciones, la 17025 reduce la necesidad de documentos explicativos adicionales.
 - Extender el alcance en relación a la ISO Guía 25, abarcando también muestreo y desarrollo de nuevos métodos.
 - Establecer una relación más estrecha, clara y sin ambigüedad con la ISO 9001 y 9002 (la 17025 es de 1999, por lo tanto, anterior a la publicación de la 9001:2000).

Las principales modificaciones introducidas por la 17025 con relación a la ISO Guía 25 se pueden dividir en dos grupos: cambios estructurales y cambios coyunturales. Las estructuras se refieren a la introducción de nuevos conceptos relacionados en la ISO/IEC 17025, cuya presentación es totalmente diferente de la estructura existente en la ISO Guía 25. Son diferencias no sólo de forma, sino también de contenido, que demuestran claramente la preocupación de la nueva norma por establecer orientaciones generales y modernas para que los laboratorios desarrollen una sólida administración de sus actividades, según patrones de calidad reconocidos internacionalmente. Además, la profundización de algunos requisitos de carácter técnico, antes superficiales en la ISO Guía 25, proporcionan mejores condiciones para que los laboratorios demuestren de forma más consistente su competencia técnica. (Squirrell A., 2000)

NC ISO/IEC 17025:2006 “Requisitos Generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”.

La NC ISO/IEC 17025:2006 es la misma ISO publicada en el 2005 más un Corrigendum Técnico publicado en el 2006. Contiene todos los requisitos que tienen que cumplir los laboratorios de ensayo y de calibración si desean demostrar que poseen

un sistema de gestión, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente válidos. (NC ISO/IEC 17025:2006).

La primera edición hace referencia a las Normas ISO 9001:1994 e ISO 9002:1994. Dichas normas fueron reemplazadas por la Norma ISO 9001:2000, lo que hizo necesario alinear la Norma ISO/IEC 17025. En esta segunda edición se modifican o agregan apartados sólo en la medida que fue necesario a la luz de la Norma ISO 9001:2000. (González C. y Gisela Z., 2000; NC-ISO 9001:2000, 2001)

Es conveniente que los organismos de acreditación que reconocen la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración se basen en esta Norma Internacional para sus acreditaciones (NC ISO/IEC 17025:2006). El capítulo 4 establece los requisitos para una gestión sólida. El capítulo 5 establece los requisitos para la competencia técnica en los tipos de ensayos o de calibraciones que el laboratorio lleva a cabo.

El creciente uso de los sistemas de gestión aumenta la necesidad de asegurar que los laboratorios que forman parte de organizaciones mayores o que ofrecen otros servicios, puedan funcionar de acuerdo con un sistema de gestión de la calidad que se considera que cumple la Norma ISO 9001, así como esta Norma Internacional. Por ello, se incorporan con cuidado todos aquellos requisitos de la Norma ISO 9001 que son pertinentes al alcance de los servicios de ensayo y de calibración cubiertos por el sistema de gestión del laboratorio. Por lo tanto, los laboratorios de ensayo y de calibración que cumplen esta Norma Internacional funcionan, también de acuerdo con la Norma ISO 9001. (Norma UNE-EN ISO/IEC 17025, 2006)

La conformidad del sistema de gestión de la calidad implementado por el laboratorio, con los requisitos de la Norma ISO 9001, no constituye por sí sola una prueba de la competencia del laboratorio para producir datos y resultados técnicamente válidos. Por otro lado, la conformidad demostrada con esta Norma Internacional tampoco significa que el sistema de gestión de la calidad implementado por el laboratorio cumple todos los requisitos de la Norma ISO 9001. (Erice A., 2000; Lloyd's Register, 2003).

La aceptación de los resultados de ensayo y de calibración entre países debería resultar más fácil si los laboratorios cumplen esta Norma Internacional y obtienen la acreditación de organismos que han firmado acuerdos de reconocimiento mutuo con organismos equivalentes que utilizan esta Norma Internacional en otros países. (Col A., 2006).

El uso de esta Norma Internacional facilitará la cooperación entre los laboratorios y otros organismos y ayudará al intercambio de información y experiencia, así como a la armonización de normas y procedimientos (NC ISO/IEC 17025:2006).



ANEXO 6

Sistema utilizado en alcalimetría, los matraces están unidos con mangueras y están sellados con tapones de goma.

