



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

**VALIDACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO BTEX POR GC CON
DIFERENTES MATRICES EN EL LABORATORIO LABSU**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentando para optar al grado académico de:

QUÍMICA

AUTORA: VILLOTA TORRES JENNIFER ESTEFANIA

DIRECTOR: Dr. CARLOS PILAMUNGA CAPUS. PhD.

Riobamba – Ecuador

2022

©2022 Jennifer Estefania Villota Torres

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, JENNIFER ESTEFANI VILLOTA TORRES, declaro que el presente trabajo de integración curricular es de mi autoría y que los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 22 de marzo de 2022



Jennifer Estefania Villota Torres

230009099-6

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA QUÍMICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular: Tipo: Proyecto de Investigación, **VALIDACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO BTEX POR GC CON DIFERENTES MATRICES EN EL LABORATORIO LABSU**, realizado por la señorita: **JENNIFER ESTEFANIA VILLOTA TORRES**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

FIRMA

FECHA



Firmado electrónicamente por:
**CARLOS ALCIBAR
MEDINA SERRANO**

Ing. Carlos Alcibar Medina Serrano MSc.

PRESIDENTE DEL TRIBUNAL

2022-03-22



Firmado electrónicamente por:
**CARLOS
PILAMUNGA**

Dr. Carlos Pilamunga Capus PhD.

DIRECTOR DEL TRABAJO

DE INTEGRACIÓN CURRICULAR

2022-03-22



Firmado electrónicamente por:
**LUIS SANTIAGO
CARRERA
ALMENDARIZ**

Ing. Luís Santiago Carrera Almendáriz MSc.

MIEMBRO DEL TRIBUNAL

2022-03-22

DEDICATORIA

A mi madre, Mery Torres por ser el pilar fundamental durante toda la trayectoria académica ya que con su comprensión y amor infinito poco a poco fuimos llegando a la etapa final de la vida universitaria. Y a mi padre, Jose Villota que con su esfuerzo diario en el trabajo me ayudo desde el inicio a culminar esta etapa, permitiéndome ser una profesional.

Jennifer

AGRADECIMIENTO

El más sincero agradecimiento a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y a cada uno de mis maestros por darme la oportunidad de obtener una profesión.

Al laboratorio ambiental LABSU, que me dio la oportunidad de realizar este trabajo de integración curricular y a los técnicos que con su conocimiento y experiencia contribuyeron en el desarrollo de esta validación.

Y como no agradecer a Dios, familia, amigos y todas las personas que estuvieron en los momentos más difíciles de mi vida universitaria, gracias por escucharme, apoyarme, y motivarme a culminar esta etapa académica.

Jennifer

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xiii
ÍNDICE DE ANEXOS.....	xiv
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	xv
RESUMEN.....	xvi
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1.	MARCO TEÓRICO REFERENCIAL.....	3
1.1.	Hidrocarburos aromáticos.....	3
1.2.	Propiedades físicas y químicas de los BTEX.....	4
1.3.	Resina Amberlite XAD2.....	7
1.4.	Validación.....	7
1.5.	Proceso de separación en cromatografía de gases.....	9
1.6.	Clasificación de los límites máximos permitidos en cada matriz.....	9
1.7.	Hipótesis.....	10
1.7.1.	<i>Hipótesis Alternativa</i>	10
1.7.2.	<i>Hipótesis Nula</i>	10
1.8.	Identificación de las Variables.....	11
1.8.1.	<i>Variable Dependiente:</i>	11
1.8.2.	<i>Variables Independientes:</i>	11
1.9.	Lugar de estudio.....	11

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO.....	12
2.1.	Plan de validación.....	12
2.2.	Necesidad analítica.....	12
2.3.	Método para la determinación de BTEX.....	14
2.4.	Diseño de Preparación.....	14
2.5.	Procesamiento.....	15

2.6.	Función respuesta	15
2.7.	Tratamiento estadístico	15
2.8.	Materiales, equipos y reactivos	15
2.8.1.	<i>Materiales</i>	15
2.8.2.	<i>Equipos</i>	16
2.8.3.	<i>Reactivos</i>	16
2.9.	Metodología	16
2.10.	Preparación de Soluciones	16
2.10.1.	<i>Preparación de la Solución Madre</i>	16
2.10.2.	<i>Preparación de los Puntos de la curva en Agua y Emisiones a la atmósfera</i>	17
2.10.3.	<i>Preparación de los Puntos de la curva en la matriz Suelo</i>	17
2.10.4.	<i>Preparación de los Puntos de VI en matriz Agua y Emisiones a la atmósfera</i> ...	17
2.10.5.	<i>Preparación de los Puntos de VI en matriz Suelo</i>	17
2.10.6.	<i>Preparación de la muestra fortificados matriz Agua</i>	17
2.10.7.	<i>Preparación de la muestra fortificado) matriz Suelo</i>	18
2.10.8.	<i>Preparación de la muestra fortificados matriz Emisiones a la atmósfera</i>	18
2.11.	Condiciones del equipo e interpretación del cromatograma	18
2.11.1	<i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography</i>	18
2.11.2.	<i>Columna Cromatográfica: MXT-1</i>	19
2.11.3.	<i>Cromatograma</i>	19
2.11.4.	<i>Interpretación del Cromatograma</i>	20
2.12.	Validación del método	20
2.13.	Parámetros de Validación	22
2.13.2.	<i>Linealidad</i>	22
2.13.3.	<i>Límite de Detección</i>	25
2.13.4.	<i>Límite de Cuantificación</i>	25
2.13.5.	Precisión	26
2.13.6.	<i>Repetibilidad</i>	28
2.13.7.	<i>Reproducibilidad</i>	28
2.14.	Estadístico	29
2.15.	Exactitud del método	29
2.16.	Incertidumbre	29
2.17.	Incertidumbre estándar por reproducibilidad	30
2.18.	Incertidumbre estándar por repetibilidad	30
2.19.	Incertidumbre estándar a partir de certificados de calibración	30
2.20.	Incertidumbre estándar a partir de tolerancia del material volumétrico	30

2.21.	Incertidumbre estándar a partir del peso de la balanza analítica	31
2.22.	Incertidumbre combinada	32
2.23.	Incertidumbre expandida	32

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS	33
3.1.	Linealidad.....	33
3.2.	Límite de detección (LD).....	51
3.3.	Límite de cuantificación (LC).....	52
3.4.	Rango de trabajo validado.....	52
3.5.	Precisión	52
3.6.	Análisis de varianza.....	55
3.7.	Exactitud del método.....	59
3.8.	Incertidumbre	63
3.8.1.	<i>Identificación</i>	64
3.8.2.	<i>Cuantificación</i>	64
3.9.	Incertidumbre típica combinada del material volumétrico.....	65
3.10.	Incertidumbre típica combinada de masa.....	65
3.11.	Incertidumbre típica combinada a partir de los puntos de calibración	66
3.12.	Estimación de la Incertidumbre	69

CONCLUSIONES.....	74
--------------------------	----

RECOMENDACIONES.....	76
-----------------------------	----

GLOSARIO

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1:	Identificación química de los BTEX	3
Tabla 2-1:	Propiedades físicas y químicas de los BTEX	4
Tabla 3-1:	Fuentes de BTEX	5
Tabla 4-1:	Usos de los BTEX	5
Tabla 5-1:	Efectos en la salud BTEX.....	6
Tabla 6-1:	Propiedades físicas típicas de la resina Amberlite XAD ₂	7
Tabla 7-1:	Límites permitidos de parámetros químicos del agua para consumo humano. ..	9
Tabla 8-1:	Límites máximos permitidos del recurso suelo	9
Tabla 9-1:	Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera	9
Tabla 10-1:	Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera	10
Tabla 11-1:	Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera	10
Tabla 1-2:	Fijación de objetivos matriz agua.....	13
Tabla 2-2:	Fijación de objetivos matriz suelo	13
Tabla 3-2:	Fijación de objetivos matriz emisiones a la atmósfera	14
Tabla 4-2:	Condiciones de temperatura en la columna cromatográfica.....	18
Tabla 5-2:	Características de la Columna MXT-1	19
Tabla 6-2:	Condiciones del detector FID.....	19
Tabla 7-2:	Condiciones de operación <i>Peak Simple</i>	19
Tabla 8-2:	Puntos de curva en las matrices de Agua y Emisiones a la atmósfera.....	20
Tabla 9-2:	Puntos de curva en la matriz de Suelo.....	21
Tabla 10-2:	Puntos de VI en las matrices de Agua y Emisiones a la atmósfera	21
Tabla 11-2:	Puntos de VI en la matriz de Suelo.....	21
Tabla 12-2:	Puntos de Fortificados en muestras de Agua.....	21
Tabla 13-2:	Puntos de Fortificados en muestras de Suelo	22
Tabla 14-2:	Puntos de Fortificados en muestras de Emisiones a la atmósfera	22
Tabla 15-2:	Modelo de Estimación Lineal.....	23
Tabla 16-2:	Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en la curva de calibración.....	26
Tabla 17-2:	Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en niveles de VI.....	26
Tabla 18-2:	Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en fortificados	27
Tabla 19-2:	Modelo de análisis de varianza.....	27
Tabla 1-3:	Resultados de linealidad en la matriz agua Benceno.....	34
Tabla 2-3:	Resultados de linealidad en la matriz agua Tolueno	34
Tabla 3-3:	Resultados de linealidad en la matriz agua Etilbenceno.....	35

Tabla 4-3:	Resultados de linealidad en la matriz agua m, p-Xileno	36
Tabla 5-3:	Resultados de linealidad en la matriz agua o-Xileno.....	36
Tabla 6-3:	Resultados de linealidad en la matriz suelo Benceno.....	37
Tabla 7-3:	Resultados de linealidad en la matriz suelo Tolueno.....	38
Tabla 8-3:	Resultados de linealidad en la matriz suelo Etilbenceno.....	38
Tabla 9-3:	Resultados de linealidad en la matriz suelo m, p-Xileno.....	39
Tabla 10-3:	Resultados de linealidad en la matriz suelo o-Xileno.....	40
Tabla 11-3:	Resultados de linealidad en la matriz Emisiones a la Atmósfera BTEX.....	40
Tabla 12-3:	Recuperación de VI en Benceno matriz agua.....	46
Tabla 13-3:	Recuperación de VI en Tolueno matriz agua	47
Tabla 14-3:	Recuperación de VI en Etilbenceno matriz agua.....	47
Tabla 15-3:	Recuperación de VI en m, p-Xileno matriz agua	47
Tabla 16-3:	Recuperación de VI en o-Xileno matriz agua.....	48
Tabla 17-3:	Recuperación de VI en Benceno matriz suelo.....	48
Tabla 18-3:	Recuperación de VI en Tolueno matriz suelo.....	49
Tabla 19-3:	Recuperación de VI en Etilbenceno matriz suelo.....	49
Tabla 20-3:	Recuperación de VI en m, p- Xileno matriz suelo.....	49
Tabla 21-3:	Recuperación de VI en o- Xileno matriz suelo.....	50
Tabla 22-3:	Recuperación de VI en BTEX emisiones a la atmósfera.....	50
Tabla 23-3:	Nivel de confianza de verificaciones intermedias en cada matriz	51
Tabla 24-3:	Valores del (L.D) en componentes individuales BTEX matriz agua	51
Tabla 25-3:	Valores del (L.C) en componentes individuales BTEX matriz agua.....	52
Tabla 26-3:	Valores rango de trabajo en componentes individuales BTEX matriz agua	52
Tabla 27-3:	Resumen de repetibilidad de cada componente en agua	53
Tabla 28-3:	Resumen de reproducibilidad de cada componente en agua	53
Tabla 29-3:	Resumen de repetibilidad de cada componente en suelo.....	54
Tabla 30-3:	Resumen de reproducibilidad de cada componente en suelo	54
Tabla 31-3:	Resumen de repetibilidad y reproducibilidad en emisiones a la atmósfera.....	54
Tabla 32-3:	Precisión obtenida en cada matriz	55
Tabla 33-3:	Análisis de varianza en Benceno matriz agua	55
Tabla 34-3:	Análisis de varianza en Tolueno matriz agua	56
Tabla 35-3:	Análisis de varianza en Etilbenceno matriz agua	56
Tabla 36-3:	Análisis de varianza en m, p-Xileno matriz agua	56
Tabla 37-3:	Análisis de varianza en o-Xileno matriz agua	57
Tabla 38-3:	Análisis de varianza en Benceno matriz suelo	57
Tabla 39-3:	Análisis de varianza en Tolueno matriz suelo	57

Tabla 40-3:	Análisis de varianza en Etilbenceno matriz suelo	57
Tabla 41-3:	Análisis de varianza en m, p-Xileno matriz suelo	58
Tabla 42-3:	Análisis de varianza en o-Xileno matriz suelo	58
Tabla 43-3:	Análisis de varianza matriz BTEX Emisiones a la Atmósfera	58
Tabla 44-3:	Porcentajes de recuperación en cada matriz	59
Tabla 45-3:	Comparación de los resultados obtenidos en emisiones a la atmósfera.	60
Tabla 46-3:	Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en agua	61
Tabla 47-3:	Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en suelo	62
Tabla 48-3:	Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en emisiones a la atmósfera	63
Tabla 49-3:	Incertidumbres ocupadas en la validación	64
Tabla 50-3:	Incertidumbre del material de vidrio	65
Tabla 51-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Benceno en agua	66
Tabla 52-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Tolueno en agua	66
Tabla 53-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Etilbenceno en agua	66
Tabla 54-3:	Incertidumbre en puntos de calibración m, p-Xileno en agua	67
Tabla 55-3:	Incertidumbre en puntos de calibración o-Xileno en agua	67
Tabla 56-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Benceno en suelo	67
Tabla 57-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Tolueno en suelo	67
Tabla 58-3:	Incertidumbre en puntos de calibración Etilbenceno en suelo	68
Tabla 59-3:	Incertidumbre en puntos de calibración m, p-Xileno en suelo	68
Tabla 60-3:	Incertidumbre en puntos de calibración o-Xileno en suelo	68
Tabla 61-3:	Incertidumbre en puntos de calibración en BTEX emisiones a la atmósfera ...	68
Tabla 62-3:	Incertidumbre en los fortificados en Benceno agua	69
Tabla 63-3:	Incertidumbre en los fortificados en Tolueno matriz agua	69
Tabla 64-3:	Incertidumbre en los fortificados en Etilbenceno agua	70
Tabla 65-3:	Incertidumbre en los fortificados en m, p-Xileno agua	70
Tabla 66-3:	Incertidumbre en los fortificados en o-Xileno agua	70
Tabla 67-3:	Incertidumbre en los fortificados en Benceno suelo.....	71
Tabla 68-3:	Incertidumbre en los fortificados en Tolueno suelo	71
Tabla 69-3:	Incertidumbre en los fortificados en Etilbenceno suelo	71
Tabla 70-3:	Incertidumbre en los fortificados en m, p-Xileno suelo	72
Tabla 71-3:	Incertidumbre en los fortificados en o-Xileno en suelo.....	72
Tabla 72-3:	Incertidumbre en los fortificados en BTEX emisiones a la atmósfera	72

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1:	Mapa ubicación del Laboratorio LABSU	11
--------------------	--	----

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-3:	Linealidad Benceno.....	41
Gráfico 2-3:	Linealidad Tolueno.....	42
Gráfico 3-3:	Linealidad Etilbenceno.....	42
Gráfico 4-3:	Linealidad m, p-Xileno.....	43
Gráfico 5-3:	Linealidad o-Xileno.....	43
Gráfico 6-3:	Linealidad Benceno.....	44
Gráfico 7-3:	Linealidad Tolueno.....	44
Gráfico 8-3:	Linealidad Etilbenceno.....	45
Gráfico 9-3:	Linealidad m, p-Xileno.....	45
Gráfico 10-3:	Linealidad o-Xileno.....	45
Gráfico 11-3:	Linealidad BTEX	46

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: CROMATOGRAMAS

ANEXO B: CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN

ANEXO C: CERTIFICADO BTEX

ANEXO D: PROCEDIMIENTO REALIZADO PARA EL LABORATORIO AMBIENTAL
LABSU

ANEXO E: FOTOS EN EL LABORATORIO

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

ANOVA	Análisis de varianza
BTEX	Benceno, Tolueno, Etilbenceno, Xileno
°C	La unidad de temperatura Celsius es el grado Celsius
COV'S	Compuestos Orgánicos Volátiles
DCM	Diferencias cuadráticas medias
DHHS	<i>Department of Health and Human Services</i>
EPA	Agencia de Protección Medioambiental
FID	Detector de Ionización de flama
GC	Cromatografía de Gases
IARC	Centro Internacional de Investigaciones sobre el Cáncer
mg/L	Miligramo por litro
mg/kg	Miligramo por kilogramo
MR	Material de referencia
ppm	Partes por millón
SAE	Servicio de Acreditación Ecuatoriano
SDC	Suma de diferencias cuadráticas
VI	Verificaciones intermedias

RESUMEN

Esta investigación se realizó en el Laboratorio Ambiental LABSU, provincia de Orellana con la finalidad de validar BTEX por cromatografía de gases en diferentes matrices, garantizando la confiabilidad de los resultados obtenidos del ensayo. La validación de BTEX (Benceno, Tolueno, Etilbenceno y Xilenos) en componentes individuales en la matriz agua se desarrolló basado en el *EPA METHOD 5030C, 2003* en las matrices de suelo para componentes individuales y emisiones a la atmósfera global, utilizando *EPA METHOD 5035A, 2003*. El método de inyección manual líquido fue desarrollado con el “*SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems*” tiene una respuesta lineal con un r mayor igual que 0,995 por curva de calibración para los compuestos analizados. Los límites de detección, cuantificación e intervalo de trabajo se estimaron para las diferentes matrices respecto a cada componente y por sumatoria BTEX. El %CV en agua para reproducibilidad y repetibilidad de 16% Benceno, 7% Tolueno, 5% Etilbenceno, 5% m, p-Xileno y 6% o-Xileno para suelo 8% Benceno, 8% Tolueno, 8% Etilbenceno, 8% m, p-Xileno y 9% o-Xileno y en emisiones a la atmósfera menor a 7%. La U del método para la matriz agua 37% Benceno, 21% Tolueno, 22% Etilbenceno, 15% m, p-Xileno y 22% o-Xileno en suelo 28% Benceno, 29% Tolueno, 28% Etilbenceno, 24% m, p-Xileno y 24% o-Xileno y BTEX en emisiones a la atmósfera 32% en todos los niveles con intervalo de confianza de 95%, siendo un ensayo confiable y reproducible a través de las directrices establecidas por el laboratorio. Es importante realizar pruebas Inter laboratorio para cada parámetro, aunque en emisiones a la atmósfera hasta el momento no existe pruebas para efectuar dicha acción.

Palabras clave: <QUÍMICA>, <VALIDACIÓN>, <BTEX (BENCENO, TOLUENO, ETILBENCENO Y XILENOS)>, <CROMATOGRAFÍA DE GASES>, <AGUA>, <SUELO>, <EMISIONES A LA ATMÓSFERA>

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Firmado digitalmente por LEONARDO
FABIO MEDINA NUSTE.
Número de reconocimiento (ERN): c=EC,
o=BANCO CENTRAL DEL ECUADOR,
ou=ENTIDAD DE CERTIFICACION DE
INFORMACION ELECTRONICA, i=DUITO,
serial=Numero=0006651481,
cn=LEONARDO FABIO MEDINA NUSTE
Fecha: 2022.04.05 15:30:27 -05'00'



0623-DBRA-UTP-2022

ABSTRACT

This research was carried out at the LABSU Environmental Laboratory, province of Orellana in order to authenticate BTEX by gas chromatography in different matrices, guaranteeing the reliability of the results obtained from the test. The validation of BTEX (Benzene, Toluene, Ethylbenzene and Xylene) in individual components in the water matrix was developed based on EPA METHOD 5030C, 2003 on soil matrices for individual components and emissions to the global atmosphere, using EPA METHOD 5035A, 2003. The liquid manual injection method was developed with the "SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems" has a linear response with an r greater than 0.995 per calibration curve for the analyzed compounds. The limits of detection, quantification and work interval were estimated for the different matrices with respect to each component and by BTEX summation. The %CV in water for reproducibility and repeatability of 16% Benzene, 7% Toluene, 5% Ethylbenzene, 5% m, p-Xylene and 6% o-Xylene for soil 8% Benzene, 8% Toluene, 8% Ethylbenzene, 8% m, p-Xylene and 9% o-Xylene and in emissions to the atmosphere less than 7%. The U method for the water matrix 37% Benzene, 21% Toluene, 22% Ethylbenzene, 15% m, p-Xylene and 22% o-Xylene in soil 28% Benzene, 29% Toluene, 28% Ethylbenzene, 24% m, p-Xylene and 24% o-Xylene and BTEX in emissions to the atmosphere 32% at all levels with 95% confidence interval, being a reliable and reproducible test through the guidelines established by the laboratory. It is important to carry out inter-laboratory tests for each parameter, although in emissions to the atmosphere so far there is no tests to carry out this action.

Keywords: CHEMISTRY VALIDATION, BTEX (BENZENE, TOLUENE, ETHYLBENZENE AND XYLENE, GAS CHROMATOGRAPHY, WATER, SOIL, EMISSIONS INTO THE ATMOSPHERE.

EDISON
RENATO
RUIZ
LOPEZ

Firmado digitalmente por
EDISON RENATO
RUIZ LOPEZ
Fecha:
2022.04.12
14:41:44 -05'00'

INTRODUCCIÓN

BTEX es los componentes químicos benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos, los cuales son derivados del petróleo y son considerados contaminantes, más conocidos como compuestos orgánicos volátiles. La validación del método permite obtener la confianza y precisión de los resultados obtenidos, garantizando así la calidad de los parámetros de validación. El proceso de validación seguirá el sistema del laboratorio descrito en la Validación del Método, será registrado por el Director Técnico. En la cromatografía de gases, los componentes de una muestra vaporizada se separan distribuyéndolos entre una fase móvil gaseosa y una fase estacionaria líquida o sólida retenida en una columna. Al realizar una separación por cromatografía de gases, la muestra se vaporiza y se inyecta en la parte superior de la columna. La elución se realiza mediante el flujo de una fase móvil gaseosa inerte, que no interacciona con las moléculas del analito. La única función de la fase móvil es transportar el analito a través de la columna. (Skoog, 2014a, p.887).

FORMULACIÓN DEL PROBLEMA

¿Es posible validar el método analítico BTEX por GC con diferentes matrices en el laboratorio LABSU?

Sí, para validar BTEX es importante establecer métodos, hojas de cálculo de Excel y combinar la experiencia de los técnicos para obtener resultados confiables. Garantizar la fiabilidad del análisis.

LABSU se basa en los límites permisibles establecidos por la Norma INEN, Legislación Ambiental y las normas del Servicio Ecuatoriano de Acreditación (SAE), que supervisa y fiscaliza el trabajo que se realiza en el laboratorio antes mencionado.

LABSU pretende implementar en el presente año el parámetro BTEX por componentes individuales para muestras de agua, suelo mientras que en emisiones a la atmosfera por sumatoria utilizando resina Amberlite XAD₂ con el cromatógrafo de gases SRI 8610C a treves de inyección liquida manual.

OBJETIVOS

OBJETIVO GENERAL

- Validar el método analítico BTEX por GC con diferentes matrices en el laboratorio LABSU.

OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Analizar estadísticamente los parámetros de validación establecidos por el SAE y los procedimientos internos del laboratorio LABSU.
- Comparar los resultados obtenidos por el método de la bolsa de tedlar con la resina Amberlite XAD₂ en la matriz de emisiones a la atmósfera por GC para BTEX
- Establecer la incertidumbre del método BTEX para diferentes matrices por GC en el laboratorio LABSU.

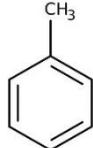
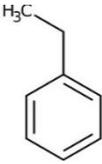
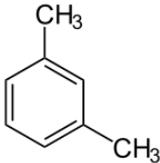
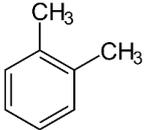
CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Hidrocarburos aromáticos

Son compuestos con propiedades asociadas al núcleo del benceno, estos compuestos tienen seis grupos hidrocarbonados, cada uno de los cuales está unido a un vértice del benceno, formando un hexágono. Los principales representantes son: benceno, tolueno, etilbenceno y xileno (m-xileno, o-xileno, p-xileno), también conocidos como BTEX, que se caracterizan por ser volátiles a temperaturas de 20-25°C (Altamirano,2017, p.14).

Tabla 1-1: Identificación química de los BTEX

Compuestos	Sinónimos	Fórmula estructural
Benceno	Benzol, Hidruro de fenilo	
Tolueno	Toluol, Metilbenzol	
Etilbenceno	Feniletano	
m-Xileno	m-Dimetilbenceno, 1,3-Dimetilbenceno, m-Metiltolueno	
p-Xileno	p-Dimetilbenceno, 1,4-Dimetilbenceno, p-Metiltolueno	
o-Xileno	o-Dimetilbenceno 1,2-Dimetilbenceno, o-Metiltolueno	

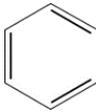
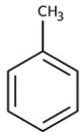
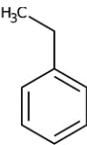
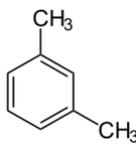
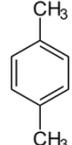
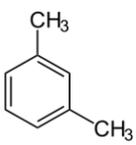
Fuente: ALTAMIRANO, 2017.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

1.2. Propiedades físicas y químicas de los BTEX

Se caracterizan por tener un peso molecular bajo y tener la estructura plana característica de las moléculas aromáticas, lo que afecta sus propiedades físicas, la densidad ya que son más grandes que los compuestos alifáticos y sus puntos de fusión y ebullición. (Pérez, 2015, pp.1-2).

Tabla 2-1: Propiedades físicas y químicas de los BTEX

	Benceno	Tolueno	Etilbencen o	m-Xileno	p-Xileno	o-Xileno
Estructura						
Fórmula molecular	C ₆ H ₆	C ₇ H ₈	C ₈ H ₁₀	C ₈ H ₁₀	C ₈ H ₁₀	C ₈ H ₁₀
Masa molecular	78,112	92,139	106,165	106,165	106,165	106,165
Estado	Líquido incoloro a amarillo claro	Líquido incoloro	Líquido incoloro	Líquido incoloro	Líquido incoloro	Líquido incoloro
T fusión (°C)	5,49	-94,95	-94,96	-47,8	-13,25	-25,0
T ebullición (°C)	80,09	110,63	136,19	139,12	138,37	144,5
Densidad (g/cm ³)	0,8765	0,8668	0,8626	0,8596	0,8566	0,8802
Solubilidad en agua (25°C en g/L)	1,79	0,53	0,17	0,16	0,16	0,18

Fuente: PEREZ, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 3-1: Fuentes de BTEX

BTEX	Origen Natural	Origen Artificial
Benceno	Emisiones de gases volcánicos, incendios forestales, petróleo crudo, carbón, humo del cigarrillo	Refinación del petróleo y petroquímica
Tolueno	Petróleo crudo y árbol de Tolú	Manufactura de la gasolina y otros combustibles a partir del petróleo crudo; en la manufactura de coque a partir del carbón y como subproducto del estireno.
Etilbenceno	Alquitrán de carbón y petróleo crudo.	Productos manufacturados como tintas, pesticidas y pinturas.
Isómeros del Xileno	Petróleo y alquitrán	Se producen a partir del petróleo.

Fuente: PEREZ, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 4-1: Usos de los BTEX

COMPUESTOS	USOS
Benceno	En la industria farmacéutica y química como material de partida e intermediario en numerosos productos químicos; en la producción de etilbenceno, cumeno y ciclohexano; como componente de la gasolina sin plomo debido a sus características antidetonantes; como disolvente en productos como pinturas comerciales e industriales, cementos de caucho, pegamento, removedores de pintura, cuero artificial y productos de caucho; fabricación de calzado, ciertos tipos de gomas de alfombras, detergentes de alfombras, ceras para muebles, disolventes y diluyentes.
Tolueno	Fabricación de pinturas, diluyentes de pinturas, barniz para uñas, lacas, adhesivos y cauchos, en la imprenta y curtido de cueros.
Etilbenceno	En la fabricación de estireno, también es usado en combustibles como gasolina y lo contienen las pinturas, tintas, plaguicidas, sustancias para pegar alfombras, barnices, productos de tabaco, productos para automóviles.
Xileno	Como disolvente en la imprenta, industrias de caucho y cuero, como agente de limpieza, diluyente de pinturas y barnices; se encuentra en pequeñas cantidades en combustibles de aviones y gasolina, también se usa, aunque en menor grado en las industrias químicas, de plástico y de fibras sintéticas y como ingrediente en revestimiento de telas y papeles. Los isómeros del xileno se usan en la manufactura de ciertos polímeros como por ejemplo el plástico.

Fuente: PEREZ, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 5-1: Efectos en la salud BTEX

COMPUESTOS	EFECTOS
Benceno	La exposición breve (5 a 10 minutos) a niveles muy altos de benceno en el aire (10,000 a 20,000 ppm) puede producir la muerte. Niveles más bajos (700 a 3,000 ppm) pueden producir letargo, mareo, aceleración del latido del corazón, dolor de cabeza, temblores, confusión y pérdida del conocimiento. La ingestión de alimentos o bebidas que contienen niveles altos de benceno puede producir vómitos, irritación del estómago, mareo, somnolencia, convulsiones, aceleración del latido del corazón, coma y la muerte. Al derramar benceno sobre piel, puede sufrir enrojecimiento y ulceración. El contacto con los ojos puede causar irritación y daño de la córnea. Las personas que respiran benceno durante períodos prolongados pueden sufrir daños de los tejidos que producen las células de la sangre, especialmente la médula de los huesos.
Tolueno	El efecto principal del tolueno es sobre el cerebro y el sistema nervioso, pero se ha observado que animales expuestos a cantidades moderadas o altas de tolueno también pueden experimentar efectos adversos en el hígado, los riñones y los pulmones. Los estudios en trabajadores y animales expuestos al tolueno generalmente indican que el tolueno no produce cáncer. La IARC y el DHHS no han clasificado al tolueno en cuanto a carcinogenicidad. De igual manera, la US EPA ha determinado que el tolueno no es clasificable en cuanto a su carcinogenicidad en seres humanos
Etilbenceno	La exposición breve a niveles altos de etilbenceno en el aire puede producir irritación de los ojos y la garganta. La exposición a niveles más altos puede producir mareo. También se ha encontrado que exposiciones a concentraciones relativamente bajas de etilbenceno producen daño irreversible del oído interno, audición y daño en los riñones. La IARC ha determinado que el etilbenceno es posiblemente carcinogénico en seres humanos.
Xileno (<i>m</i> -Xileno, <i>p</i> -Xileno, <i>o</i> -Xileno)	La exposición breve a niveles altos de xileno puede producir irritación de la piel, los ojos, la nariz y la garganta, dificultad para respirar, alteración de la función pulmonar, retardo de la reacción a estímulos visuales, alteraciones de la memoria, malestar estomacal, y posiblemente alteraciones del hígado y los riñones. La exposición a grandes cantidades de xileno puede producir alteraciones del hígado, los riñones, los pulmones, el corazón y el sistema nervioso. La IARC y la US EPA han determinado que no hay suficiente información para determinar si el xileno es carcinogénico y lo consideran no clasificable en cuanto a carcinogenicidad en seres humanos.

Fuente: PEREZ, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

1.3. Resina Amberlite XAD2

La resina Amberlite XAD2 se caracteriza por su porosidad macrorreticular única, su amplia distribución del tamaño de los poros y su gran área superficial (Tabla 6-1), así como por su estructura no iónica químicamente homogénea que la distingue de la mayoría de los demás adsorbentes. Tiene una durabilidad física excepcional y es estable hasta 200°C. (Supelco, 1997).

Tabla 6-1: Propiedades físicas típicas de la resina Amberlite XAD₂

Apariencia	Perlas duras, esféricas opacas
Sólidos	55%
Porosidad	0,41 ml de poro / gota de ml
Superficie (Min.):	Los 300m ² / gramo
Diámetro medio de los poros:	90Å
Verdadera densidad húmeda:	1,02 g / ml
Densidad esquelética	1,08 g / ml
Densidad a Granel	40 libras / pie ³ (640 g / L)
Tamaño de la partícula	20-60 mesh

Fuente: SUPELCO, 1997.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

1.4. Validación

La validación se basa en documentar, especificar, implementar y aprobar un proceso en el que se verifica que un método proporciona resultados confiables. Para validar estos datos, se debe realizar un análisis estadístico si el método cumple con sus especificaciones y el propósito previsto. Dependiendo de los criterios que rigen la calidad de los diferentes métodos, puede haber varios resultados y varias metas al final del proceso. La definición de análisis más ampliamente utilizada explica que la evidencia principal es la producción de la trazabilidad de la documentación para que el procedimiento analítico logre resultados viables dentro de un tiempo determinado y se ajuste a las especificaciones requeridas para mantener la calidad del método. (Balseca, 2019, pp. 6-7).

Límite de detección (LD)

Es la concentración del analito que proporciona una señal en el instrumento significativa, diferente a la señal del blanco o ruido. (Miller,2002, p.125).

Límite de cuantificación (LC)

Es la concentración mínima del analito a cuantificar.

Linealidad

Es empleada para obtener un rango de mediciones con concordancia unos con otros.

Exactitud

Son varias mediciones con un grado alto de concordancia entre el valor verdadero y el resultado obtenido. (Skoog, 2014b, p.990).

Precisión

Es el conjunto de resultados obtenidos bajo ciertas condiciones, siendo estos cercanos unos con otros.

Repetibilidad

Los resultados de una medición son obtenidos con el mismo método, el mismo operador, usando el mismo instrumento en un corto intervalo de tiempo.

Reproducibilidad

Los resultados de una medición se obtienen con el mismo método, con diferentes operadores, diferentes equipos de medición en diferentes laboratorios.

Selectividad

Es la tendencia de un método en responder de modo similar, exclusivamente con el analito requerido.

Incertidumbre

Parámetro asociado al resultado de una medida, que caracteriza la dispersión de los valores asociados al mensurando. (MAGNUSSON & ÖRNEMARK, 2005, p.10).

1.5. Proceso de separación en cromatografía de gases

Para producir la separación de analitos gaseosos, se inyecta una pequeña cantidad de muestra y se separa a alta temperatura por un flujo de gas nitrógeno inerte (fase móvil); la corriente se pasa a través de una columna cromatográfica (fase estacionaria) que permite que los componentes de la mezcla. Al ser separados por un mecanismo de partición, estos componentes eluyen de la columna a intervalos de tiempo discretos y pasan a través de un sistema de detección, separados responde hacia la pantalla de una computadora. El detector se mantiene a una temperatura más alta que la columna para que los analitos permanezcan gaseosos. (Harris,2007, p.579).

1.6. Clasificación de los límites máximos permitidos en cada matriz

Tabla 7-1: Límites permitidos de parámetros químicos del agua para consumo humano.

Parámetro	Límite permitido (mg/L)
Benceno	0,01
Tolueno	0,7
Xileno	0,5

Fuente: NTE INEN 1108, 2014.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 8-1: Límites máximos permitidos del recurso suelo

Parámetro	Límite permitido (mg/kg)
Benceno	0,03
Tolueno	0,08
Xileno	0,1

Fuente: MINISTERIO DEL AMBIENTE, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 9-1: Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera

Fuente	Tipo de combustible	Límite máximo permisible (mg/Nm ³) COV'S
Calderos, Hornos y Calentadores	Diésel	10
	Gas (GLP)	5
	Bunker o Crudo	10

Fuente: MINISTERIO DEL AMBIENTE, 2015

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 10-2: Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera

Fuente	Tipo de combustible	Límite máximo permisible (mg/Nm ³) COV'S
Motor de Combustión Interna	Diésel	10
	Gas (GLP)	5
	Bunker	10

Fuente: MINISTERIO DEL AMBIENTE, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 11-3: Límites máximos permitidos para emisiones a la atmósfera

Fuente	Tipo de combustible	Límite máximo permisible (mg/Nm ³) COV'S
Turbina	Diésel	10
	Gas (GLP)	5

Fuente: MINISTERIO DEL AMBIENTE, 2015.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

1.7. Hipótesis

1.7.1. Hipótesis Alternativa

- Ha: Puedo validar el método analítico BTEX por GC con diferentes matrices en el laboratorio LABSU.

1.7.2. Hipótesis Nula

- Ho: Los análisis estadísticos se realizan de acuerdo con los parámetros de validación establecidos por SAE y los procedimientos internos del laboratorio LABSU.
- Ho: Existe menor recuperación de BTEX alcanzando los límites permisibles en la matriz de emisiones a la atmosfera con Amberlite resina XAD₂, por GC que la metodología bolsas tedlar.
- Ho: En el laboratorio de LABSU, la incertidumbre de los métodos BTEX validados se puede determinar mediante GC de diferentes matrices.

1.8. Identificación de las Variables

1.8.1. Variable Dependiente:

- Validación de parámetros en BTEX utilizando diferentes matrices en el laboratorio de LABSU.

1.8.2. Variables Independientes:

- BTEX en las matrices de aguas, suelo y emisiones a la atmosfera por GC SRI 8610C.

1.9. Lugar de estudio

La investigación se llevó a cabo en el área cromatográfica perteneciente al laboratorio LABSU, ubicado en las instalaciones de la Vicariato Apostólico de Aguarico en la Provincia de Orellana, Estado Francisco de Orellana, Avenida Alejandro Labaka y Fray Pastor de Villarquemado.



Figura 1-1: Mapa ubicación del Laboratorio LABSU

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Plan de validación

LABSU considero conveniente validar los métodos analíticos BTEX basados en los siguientes métodos: *EPA METHOD 5030C "PURGE-AND-TRAP FOR AQUEOUS SAMPLES"*, *EPA METHOD 5035A "CLOSED-SYSTEM PURGE-AND-TRAP AND EXTRACTION FOR VOLATILE ORGANICS IN SOIL AND WASTE SAMPLES"*. Manual *SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems*, con las modificaciones pertinentes.

2.2. Necesidad analítica

LABSU ha establecido validar un procedimiento específico para la determinación de BTEX eligiendo el método más adecuado para satisfacer las necesidades de servicio requeridas por los clientes en: agua, suelo y emisiones a la atmósfera; cumpliendo con la NTE-INEN ISO/IEC 17025:2018, SAE CR GA01, NTE INEN 1108, Acuerdo Ministerial 097 ANEXO 2 DEL LIBRO VI DEL TEXTO UNIFICADO DE LEGISLACION SECUNDARIA DEL MINISTERIO DEL AMBIENTE: NORMA DE CALIDAD AMBIENTAL DEL RECURSO SUELO Y CRITERIOS DE REMEDIACION PARA SUELOS CONTAMINADOS y ANEXO 3 DEL LIBRO VI DEL TEXTO UNIFICADO DE LEGISLACION SECUNDARIA DEL MINISTERIO DEL AMBIENTE NORMA DE EMISIONES AL AIRE DESDE FUENTES FIJAS.

Tabla 1-2: Fijación de objetivos matriz agua

Parámetros	Objetivo Establecido
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX en cada componente para muestras de Agua y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.
Linealidad/Función respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.
Límite de detección	0,0040mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0080mg/L m, p-Xileno
Límite de cuantificación	0,0120 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 mg/L m, p-Xileno
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	SR $\leq 20\%$ en CV en todos los niveles.
Exactitud	80 -120% recuperación en todos los niveles.
Incertidumbre	U $\leq 40\%$ en todos los niveles con un intervalo de confianza de al menos 95,45%
Intervalo de trabajo	0,0120 – 0,0600 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 – 0,1200 mg/L m, p-Xileno

Fuente: Plan de Validación de Métodos de Ensayo LABSU, 2021.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 2-1: Fijación de objetivos matriz suelo

Parámetros	Objetivo Establecido
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX en cada componente para muestras de Suelo y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.
Linealidad/Función respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.
Límite de detección	0,010mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,019mg/L m, p-Xileno
Límite de cuantificación	0,029 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,058 mg/L m, p-Xileno
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	SR $\leq 20\%$ en CV en todos los componentes
Exactitud	80-120% recuperación en todos los niveles.
Incertidumbre	U $\leq 40\%$ en todos los niveles con un intervalo de confianza de al menos 95,45%
Intervalo de trabajo	0,0290 -0,2080 mg/kg (Benceno), (Tolueno), (o-Xileno); 0,0580 – 0,4160 mg/kg (m, p-Xileno)

Fuente: Plan de Validación de Métodos de Ensayo LABSU, 2021.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 3-2: Fijación de objetivos matriz emisiones a la atmósfera

Parámetros	Objetivo Establecido
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX en muestras de emisiones a la atmósfera y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.
Linealidad/Función respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.
Límite de detección	33,0059 mg/kg
Límite de cuantificación	60,0000 mg/kg
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	$SR \leq 20\%$ en CV en todos los niveles
Exactitud	80- 120% recuperación en todos los niveles.
Incertidumbre	$U \leq 40\%$ en todos los niveles con intervalo de confianza de al menos el 95,45%.
Intervalo de trabajo	60,0000-600,0000mg/kg

Fuente: Plan de Validación de Métodos de Ensayo LABSU, 2021.

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

2.3. Método para la determinación de BTEX

Se estableció 5 niveles de concentración en función respuesta instrumental (cinco estándares más un blanco) dentro del rango de trabajo, cada nivel por triplicado, en condiciones de repetibilidad. La exactitud (recuperación) de los materiales de referencia certificados se determinó a 3 niveles de concentración en diferentes matrices y sus correspondientes blancos, con tres repeticiones para cada nivel. Para determinar la exactitud (recuperación) de las comprobaciones intermedias en la curva de calibración, los estándares se midieron a 2 niveles de concentración establecidos dentro del rango de trabajo, cada nivel por triplicado. El diseño anterior se repitió en tres días diferentes en condiciones reproducibles.

2.4. Diseño de Preparación

Tres de cada una, preparadas cada día en condiciones de repetibilidad, lo que supone un total de unidades de 36 por día:

- 1 x 3 = 3 blancos
- 5 x 3 = 15 patrones
- 2 x 3 = 6 patrones (verificaciones intermedias)
- 1 x 3 = 3 blancos matrices
- 3 x 3 = 9 materiales de referencia

2.5. Procesamiento

Simultáneo de las 36 unidades cada día (en condiciones de repetibilidad)

Las submuestras deberán seguir el método completo (al menos los materiales de referencia).

2.6. Función respuesta

La función de respuesta del instrumento (de un sistema de lectura), a menudo se denominada línea de calibración. Durante cada día, las lecturas que se obtuvieron de la submuestra, por regresión lineal x : valor asignado / y : lecturas obtenidas de patrón y blanco. Diariamente se determinaron las preferencias por ajuste y los intervalos de confianza para los coeficientes de regresión y la función de respuesta.

En la determinación la exactitud cada nivel de recuperación deben ser similares en materiales estándar y de referencia.

2.7. Tratamiento estadístico

Análisis lineal: mínimos cuadrados, se realizó un ANOVA simple (de dos factores anidados homogéneo) sobre los resultados obtenidos para obtener precisión nivel por nivel. Obteniendo el límite de detección y cuantificación, intervalos de trabajo e incertidumbres asociadas con cada nivel.

2.8. Materiales, equipos y reactivos.

2.8.1. Materiales

- Pipetas Pasteur de 6 mm
- Columna Cromatográfica: 60m*0,53mmID MXT-1 0,5 (Crossbond dimethyl polysiloxane).
- Pipetas Volumétricas: 0.5, 2, 3, 4, 10ml
- Metanol 99.9%
- Probeta 50 ml
- Matraces aforados de 10, 25, 100 ml
- Balones esmerilados 24/40
- Filtro de membrana de Nylon 47 mm \varnothing – 0,45 μ m
- Viales ámbar 1,5 ml

- Sulfato de sodio anhidro Na₂SO₄, granular: calentamiento a 130°C durante 24 horas
- Membrana de filtración 17mm – 0,45µm

2.8.2. *Equipos*

- Cromatógrafo de gases SRI 8610C EI-203
- Software *PeakSimple-PeakSimple*
- Detectores: FID
- Generador de Hidrogeno *PEAK SCIENTIFIC*
- Inyección *HEWLETT PACKARD* 10 µl
- Equipo de Rotavapor, EI/87
- Equipo de Filtración de agua Ultra Pura, EI/86
- Sistema de filtración

2.8.3. *Reactivos*

- Metanol 99.9%
- Diclorometano 99.9%
- Estándar Certificado BTEX (*Aromatic Hydrocarbons Mix11*, Lot: G144703ME)

2.9. **Metodología**

Los métodos implementados en el desarrollo de esta validación fueron: “*METHOD 5030C PURGE-AND-TRAP FOR AQUEOUS SAMPLE*”, *METHOS 5035^a “CLOSED-SYSTEM PURGE-AND-TRAP AND EXTRACTION FOR VOLATILE ORGANICS IN SOIL AND WASTE SAMPLES*” y el Manual *SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems* junto con el control de documentación y registros internos del laboratorio.

2.10. **Preparación de Soluciones**

2.10.1. *Preparación de la Solución Madre*

Se uso una ampolla BTEX de 1ml de concentración de 12 0000ppm, fue aforado con metanol, en un balón de 100 ml se obtuvo una solución madre de 120,00ppm. Los BTEX son compuestos volátiles y fotolábiles y debe almacenarse en un ambiente oscuro y estable sin cambios en T. Para

conservar la solución, manténgala a una T de 20-30 °C y cubrir completamente el matraz con aluminio.

2.10.2. Preparación de los Puntos de la curva en Agua y Emisiones a la atmósfera

Con la solución madre de 120 ppm, se ocupó 5 alícuotas de diferentes volúmenes: 2,5 ;3,0 ;10,0; 5,0; 100,0 aforando con metanol al 99,9 % en matraces de 25, 10, 25, 10, 100 ml. Para obtener los puntos de la curva: 12, 36, 48, 60, 120 ppm.

2.10.3. Preparación de los Puntos de la curva en la matriz Suelo

De la solución madre de 120 ppm, se tomaron 5 volúmenes: 3,5; 7,5; 1,0; 1,5; 2,5 ml, aforados con metanol al 99,9 % en matraces de 100, 100, 10, 10, 10 ml para obtener puntos de curva: 4,2; 9; 12;18; 30 ppm.

2.10.4. Preparación de los Puntos de VI en matriz Agua y Emisiones a la atmósfera

A partir de la solución madre de 120 ppm se utilizaron 2 alícuotas de volúmenes de 2,0 y 7,5 ml, se aforo en un matraz de 10 ml con metanol al 99,9 % para obtener puntos de verificación: 24 y 90 ppm.

2.10.5. Preparación de los Puntos de VI en matriz Suelo

Se tomaron 2 alícuotas con volúmenes de 5,0; 2,0 ml de la solución madre que fue 120 ppm, aforados con metanol al 99,9 % en matraces de 10 y 100 ml para obtener puntos de verificación: 6, 24 ppm.

2.10.6. Preparación de la muestra fortificados matriz Agua

Las muestras utilizadas para validar matrices en agua fueron: consumo, natural y residual. Las muestras fortificadas se prepararon a partir de puntos de curva, calculando la concentración de los fortificados adicionando en una matriz sin analitos, utilizando 500 ml de agua por cada muestra y añadiendo 1,5 ml en los puntos: 24, 36, 120 ppm siendo los puntos bajo, medio, alto de la curva, respectivamente estableciendo resultados en mg/L.

2.10.7. Preparación de la muestra fortificado) matriz Suelo

La arcilla se utilizó para la matriz del suelo, etiquetando tres muestras. Cada fortificado se preparó a partir de los puntos de la curva y se calculó la concentración del fortificado añadido a la matriz sin analito. A cada muestra se le añadió 2 g de arcilla con 1,5 ml de los puntos: 4,2, 9, 30 ppm bajo, medio y alto de la curva reflejando datos en mg/Kg.

2.10.8. Preparación de la muestra fortificados matriz Emisiones a la atmósfera

Y en la matriz emisiones a la atmósfera se utilizaron tres muestras de resina Amberlite XAD₂ las cuales fueron etiquetadas. Las muestras fortificadas se prepararon a partir de puntos de curva, y la concentración de las muestras fortificadas se calculó mediante la adición de matriz sin analito. Para cada muestra se usaron 2g de resina Amberlite XAD₂ y estas muestras fueron fortificadas con 1,5ml de los puntos: 12, 48, 120ppm bajo, medio y más alto de la curva, obteniendo concentraciones en mg/kg.

2.11. Condiciones del equipo e interpretación del cromatograma

2.11.1 SRI Instruments 8610C Gas Chromatography

Para utilizar el cromatógrafo, se deben mantener las condiciones óptimas para el dispositivo *SRI Instruments 8610C Gas Chromatography* a una temperatura de 20-30°C y una humedad relativa de 40-80%. El gradiente de temperatura para identificar los compuestos BTEX es:

Tabla 4-2: Condiciones de temperatura en la columna cromatográfica

T de inicio °C	Tiempo Min	Rampa °C/min	T final °C
50,00	7,0	8,0	130,00
130,00	4,0	8,0	160,00
160,00	5,0	8,0	200,00
200,00	2,0	0,0	0,0

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Al inicio de la validación se debe purgar el equipo con un blanco (metanol 99,9%) La fase móvil fue nitrógeno con una P de 20 psi. El caudal de la fase móvil fue de 25ml/min, y el tiempo de corrida cromatográfica fue de 36,75min. Bajo estas condiciones, se realizó la validacion en diferentes matrices.

2.11.2. Columna Cromatográfica: MXT-1

Es una columna capilar ideal para uso con hidrocarburos por su resistencia y larga vida, está diseñada con sílice fundida y acero inoxidable recubierto, y presenta una cubierta fija recubierta de polisiloxano en fase menos polar.

Tabla 5-2: Características de la Columna MXT-1

Diámetro	0,53mm
Película	0,50um
Longitud	60m
Temperatura inicial	50°C

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 6-2: Condiciones del detector FID

Gas	Flujo
Aire	25 ml/min
Hidrógeno	25ml/min
Temperatura del detector	255 °C

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

2.11.3. Cromatograma

El dispositivo *SRI INSTRUMENTS 8610C Gas Chromatography* es conectado al software *Peak Simple* que muestra los cromatogramas de: Benceno, Tolueno, Etilbenceno y los isómeros del Xileno ejecutados durante 36,75 minutos en tiempo real. El método creado, denominado Prueba Líquido 1.CON, facilita el trabajo de ajuste del tiempo final del cromatograma, el tiempo de retención del analito, el nombre del archivo y los parámetros de integración a utilizar. Para obtener resultados fiables, se verificó la sensibilidad de detección de los picos con:

Tabla 7-2: Condiciones de operación *Peak Simple*

Cima	95,00%
Línea base	10,00%
Área de rechazo	10,00
Peso estándar	1,00
Peso de la muestra	1,00

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Después de verificar las condiciones de operación se procedió a inyectar 2ul de cada una de las muestras que incluyo blancos, puntos de curva, verificaciones intermedias y fortificados.

2.11.4. Interpretación del Cromatograma

El software *Speak Simple* permite expresar en áreas los valores obtenidos en el detector, mediante una curva de calibración preparada previamente, por regresión lineal con los parámetros necesarios para calcular las concentraciones ocupadas respectivas a cada matriz: agua, suelo, emisiones la atmósfera durante la validación y las muestras fortificadas. Los resultados se obtienen como el área bajo la curva (FU), que se debe ingresar en una hoja de cálculo, y se calculan los valores de concentración total de BTEX (en mg/l) para las muestras de agua, los valores para suelo y emisiones a la atmósfera son mg/kg según la Ec1.

2.12. Validación del método

La validación consistió en tres matrices: agua, suelo y emisiones atmósfera, se estableció un diseño experimental homogéneo con dos factores completamente anidados, con tres niveles de concentración: baja cerca del límite de cuantificación en la muestra, media cerca del valor más esperado, alta: nivel cercano al máximo del rango de trabajo.

Tabla 8-2: Puntos de curva en las matrices de Agua y Emisiones a la atmósfera

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
12 ppm	C 12	9	3	2 ul	54ul
36 ppm	C 36	9	3	2 ul	54ul
48 ppm	C 48	9	3	2 ul	54ul
60 ppm	C 60	9	3	2 ul	54ul
120 ppm	C 120	9	3	2 ul	54ul
Total					162 ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 9-2: Puntos de curva en la matriz de Suelo

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
4,2 ppm	C 12	9	3	2 ul	54ul
9 ppm	C 36	9	3	2 ul	54ul
12 ppm	C 48	9	3	2 ul	54ul
18ppm	C 60	9	3	2 ul	54ul
30 ppm	C 120	9	3	2 ul	54ul
				Total	162 ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 10-2: Puntos de VI en las matrices de Agua y Emisiones a la atmósfera

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
24 ppm	VI 24	9	3	2 ul	54ul
90ppm	VI 90	9	3	2 ul	54ul
				Total	108 ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 11-2: Puntos de VI en la matriz de Suelo

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
6 ppm	VI 6	9	3	2 ul	54ul
24ppm	VI 24	9	3	2 ul	54ul
				Total	108 ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 12-2: Puntos de Fortificados en muestras de Agua

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
24ppm	spk agua 0.012ppm	9	3	2 ul	54 ul
36ppm	spk agua 0.180ppm	9	3	2 ul	54 ul
120ppm	spk agua 0.360ppm	9	3	2 ul	54 ul
				Total	162ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 13-2: Puntos de Fortificados en muestras de Suelo

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
4.2ppm	spk agua 0.175ppm	9	3	2 ul	54 ul
9ppm	spk agua 0.375ppm	9	3	2 ul	54 ul
30ppm	spk agua 1.250ppm	9	3	2 ul	54 ul
				Total	162ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 14-2: Puntos de Fortificados en muestras de Emisiones a la atmósfera

Tratamiento	Código	Repeticiones	Días	Tamaño de Unidad Experimental (TUE)	Total (TUE)
12ppm	spk resina 10ppm	9	3	2 ul	54 ul
48ppm	spk resina 240ppm	9	3	2 ul	54ul
120ppm	spk resina 600ppm	9	3	2 ul	54 ul
				Total	162ul

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

2.13. Parámetros de Validación

Para realizar la validación se basó en los siguientes parámetros:

- Linealidad
- Límite de cuantificación
- Límite de detección
- Reproducibilidad
- Precisión
- Incertidumbre

2.13.2. Linealidad

Ejecute 3 curvas de calibración por día y use ecuaciones de línea recta para obtener valores para el intercepto, la pendiente y el coeficiente de correlación lineal de las variables, si los valores son iguales o mayores que $r \geq 0,995$, como criterio de aceptación para cada individuo Componente BTEX de cada día, para Curva Global en la matriz de emisiones diarias a la atmósfera con valores iguales o superiores a $r \geq 0,995$. La ecuación utilizada para la estimación lineal es:

$$y = a + bx$$

Ec.1

Donde:

y= Factor respuesta del equipo en áreas

x= Concentración en ppm de BTEX

b= Pendiente de la línea recta

a= Intercepto

Se prepararon cinco puntos sobre la curva y dos puntos intermedios de verificación analizados por el cromatógrafo de gases SRI 8610C, utilizando Ec. 1, para obtener la concentración en función de la respuesta preparada para cada punto establecido. Los cromatogramas obtenidos de las curvas durante 3 días se muestran en el Apéndice A (Componentes). Los valores utilizados para trazar una curva de calibración por triplicado de 3 días en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad se muestran en la Tabla 3-1.

Tabla 15-2: Modelo de Estimación Lineal

X	y= Lecturas obtenidas factor respuesta del equipo		
Nivel concentración (ppm)	Día1	Día 2	Día 3
C 12	Valores de los pares (X, Y) obtenido cada uno por triplicado en cada día para realizar la curva de calibración		
V 24			
C 36			
C 48			
C 60			
V 90			
C 120			

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Para confirmar que la curva de calibración se ajustaba a la estimación lineal de la Ecuación 1, se calcularon los valores de la intersección, la pendiente y el coeficiente de correlación, lo que resultó mayor de 0,995 para las curvas individuales de cada compuesto y en sumatoria BTEX. La desviación de puntos individuales de la línea recta es el resultado de un error de medición. Según el método de los mínimos cuadrados, la línea debe pasar por el centro de gravedad del punto (x , y). Para la aplicación y fines prácticos del método se determinan tres cantidades: S_{xx} , S_{yy} y S_{xy} , siendo las dos primeras la suma de cuadrados de las desviaciones de los valores individuales x e

y de la media y siendo la tercera los valores individuales x y y . La suma de los productos de las desviaciones de la media, se expresan mediante las siguientes ecuaciones:

$$S_{xx} = \sum (x_i - \bar{x})^2 = \sum x_i^2 - \frac{(\sum x_i)^2}{N} \quad \text{Ec.2}$$

$$S_{yy} = \sum (y_i - \bar{y})^2 = \sum y_i^2 - \frac{(\sum y_i)^2}{N} \quad \text{Ec.3}$$

$$S_{xy} = \sum (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) = \sum x_i y_i - \frac{\sum x_i \sum y_i}{N} \quad \text{Ec.4}$$

x_i , y_i son pares de datos individuales, N es el número de logaritmos de datos utilizados para construir la curva de calibración, \bar{x} y \bar{y} son los valores medios de las variables, es decir:

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{N} \quad \text{y} \quad \bar{y} = \frac{\sum y_i}{N} \quad \text{Ec.6}$$

A partir de las expresiones S_{xx} , S_{yy} y S_{xy} se pueden determinar las siguientes ecuaciones:

La pendiente b de la recta:

$$b = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} \quad \text{Ec.7}$$

Ordenada en el origen o intersección:

$$a = \bar{y} - b\bar{x} \quad \text{Ec.8}$$

Desviación estándar de la regresión:

$$S_r = \sqrt{\frac{S_{xy} - b^2 S_{xx}}{N-2}} \quad \text{Ec.9}$$

Coefficiente de correlación:

$$r = \frac{S_{xy}}{\sqrt{S_{xx} S_{yy}}} \quad \text{Ec.10}$$

2.13.3. Límite de Detección

Para el límite de detección en cada matriz, ejecute 3 blancos y exprese los datos de concentración en ppm y área. Los datos se someten a una regresión lineal y deben presentarse con un nivel de confianza del 95 %.

$$y_B = a + x3S_{yx}$$

Ec. 11

$$y_B = a + b(x_B)$$

Ec. 12

Donde:

a= Intercepto

y_B =Factor respuesta del blanco en áreas

b= Pendiente

x_B = Concentración (mg/L) del límite de detección de la muestra.

2.13.4. Límite de Cuantificación

Se obtuvo por regresión lineal con un nivel de confianza del 95 %, eliminando los valores de concentración que eran inferiores al 3 % del resultado.

$$y_B = a + x10S_{yx}$$

Ec.13

$$y_B = a + b(x_B)$$

Ec.14

$$(x_B) = \frac{y_B - a}{b}$$

Ec.15

Donde:

a= Intercepto

y_B = Respuesta del blanco en áreas

b= Pendiente

x_B =Concentración (mg/L) del límite de detección de la muestra

2.13.5. Precisión

La precisión del método se determinó en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad entre días y los resultados obtenidos de las curvas de calibración, verificaciones intermedias y fortificados se determinaron mediante ANOVA (análisis de varianza de dos factores totalmente anidados homogéneos) para cada concentración.

Tabla 16-2: Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en la curva de calibración

Niveles de Concentración	DÍA		
	1	2	3
Observaciones	1	2	3
C1	L11	L21	L31
C2	L12	L22	L32
C3	L13	L23	L33
C4	L14	L24	L34
C5	L15	L25	L35

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 17-2: Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en niveles de VI

Niveles de concentración Verificaciones Intermedias	DÍA		
	1	2	3
Observaciones	1	2	3
VI 6	L16	L26	L36
VI 7	L17	L27	L37

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 18-2: Modelo de análisis de varianza (ANOVA) en fortificados

Niveles de Concentración Fortificados	DÍA		
	1	2	3
Observaciones			
F1	L18	L28	L38
F2	L19	L29	L39
F3	L20	L30	L40

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Para comparar el valor F obtenido de la tabla ANOVA con las medidas obtenidas. Se estableció un coeficiente de variación menor al 20% a cada nivel fortificado.

Tabla 19-2: Modelo de análisis de varianza

Análisis simple de la varianza			
Origen de la varianza	Grados de libertad (ν)	Sumas de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM = SDC/ ν) (varianzas)
Entre grupos (Between)	$\nu_B = k - 1$	$SDC_B = \sum_{i=1}^5 p(\bar{L}_i - \bar{L})^2$	$DCM_B = \frac{SDC_B}{\nu_B}$
Dentro del grupo (Within)	$\nu_W = n - 1$	$SDC_W = \sum_{i=1}^5 \sum_{j=1}^5 (L_{ij} - \bar{L}_i)^2$	$DCM_W = \frac{SDC_W}{\nu_W}$
Total	$\nu_t = k - 1$	$SDC_T = SDC_B + SDC_W$	$DCM_t = \frac{SDC_W}{\nu_t}$

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Donde:

ν = Grados de libertad

k = Número de grupos

p = Número de repetición

n = Número total de repeticiones

L = Numero de lecturas por día

SDC=Suma de diferencias cuadráticas

DCM= Diferencias cuadráticas medias

2.13.6. Repetibilidad

Consistió en repetir 3 veces al día con el técnico encargado del área para garantizar la eficacia del método. Calcular puntos de curva, comprobaciones intermedias y fortificados.

$$S_r = \sqrt{DCM_W}$$

Ec.13

$$\%CV_r = \frac{S_r}{\bar{X}}$$

Ec.14

Donde:

DCM_B = Diferencias cuadráticas medias entre grupos

DCM_W = Diferencias cuadráticas medias dentro de grupo

X = Promedio de los datos

p = Número de repeticiones

S_r = Repetibilidad

2.13.7. Reproducibilidad

Se analizaron y calcularon los datos obtenidos para puntos de curva, verificaciones intermedias y fortificados, se calculó la desviación estándar de la reproducibilidad y el coeficiente de variación, conjuntamente la desviación estándar del intercepto.

$$S_L = \frac{DCM_B - DCM_W}{\bar{P}}$$

Ec.15

$$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2}$$

Ec.16

$$\%CVR = \frac{S_R}{\bar{X}} \times 100$$

Ec.17

Donde:

S_L = Desviación estándar del intercepto

S_R = Desviación estándar por reproducibilidad

p = Numero de repeticiones

$\%CV$ = Coeficiente de variación de Reproducibilidad

2.14. Estadístico

Para verificar que los datos obtenidos durante la validación son correctos, precisos y confiables, creamos una hoja de cálculo de Excel. También se utilizó la prueba de significancia F-Fisher para verificar que no existieran diferencias significativas entre los datos obtenidos. Se realizó un análisis estadístico de la varianza (ANOVA) para comparar las diferencias entre cada conjunto de datos homogéneos.

2.15. Exactitud del método

Se calculó la exactitud con los fortificados valorados a diferentes concentraciones conocidas y determinando sus recuperaciones a partir de las áreas obtenidas en los cromatogramas y aplicándolas a la curva de calibración. De acuerdo con la normativa interna establecida por SAE y los criterios internos de aceptación del laboratorio LABSU, es aceptable un rango de variación de 80% a 120%, lo que indica que la exactitud no supera el rango establecido.

$$\%R = \frac{x_{Obtenido}}{x_{Teorico}} * 100$$

Ec. 18

2.16. Incertidumbre

La incertidumbre se obtiene a través de cada resultado obtenido, identificando, cuantificando y combinando todas las fuentes de incertidumbre presentes en el método.

Cuando se obtienen todas las fuentes de incertidumbre y sus cálculos, se combinan de acuerdo con la ley de propagación del error. Así, se obtiene la incertidumbre estándar combinada (u), y finalmente se calcula la incertidumbre extendida (U) del método. Para ello se debe multiplicar la

incertidumbre estándar por el factor de cobertura k, que en este caso es igual a 2, ya que es una probabilidad del 95%.

2.17. Incertidumbre estándar por reproducibilidad

$$\mu_R = \frac{S_R}{\sqrt{n}}$$

Ec.19

Donde:

S_R = Desviación estándar por reproducibilidad

n = Numero de datos

2.18. Incertidumbre estándar por repetibilidad

$$\mu_r = \frac{S_r}{\sqrt{n}}$$

Ec.20

Donde:

S_r = Desviación estándar por repetibilidad

n = Número de datos

2.19. Incertidumbre estándar a partir de certificados de calibración

$$\mu = \frac{U}{k}$$

Ec.21

Donde:

U = Incertidumbre expandida

k = Factor de cobertura

2.20. Incertidumbre estándar a partir de tolerancia del material volumétrico

$$U(V_f) = \sqrt{\mu(V_{cal})^2 + \mu(V_{temp})^2 + \mu(V_{rep})^2}$$

Ec.22

$$u(V_{cal}) = \frac{u(V_{cal})}{k}$$

Ec.23

$$u(V_{temp}) = \frac{u(V_{temp})}{k}$$

Ec.24

$$u(V_{rep}) = \frac{u(V_{rep})}{k}$$

Ec.25

Donde:

$u(V_{cal})$ = Incertidumbre del valor de calibración

$u(V_{temp})$ = Incertidumbre del valor de temperatura

$u(V_{rep})$ = Incertidumbre del valor de repeticiones

k = Factor de cobertura

2.21. Incertidumbre estándar a partir del peso de la balanza analítica

$$uP(muestra) = \sqrt{(uCal)^2 + (uRes)^2}$$

Ec.26

$$uCal = \frac{UCal}{k}$$

Ec.27

$$uRes = \frac{uRes}{\sqrt{3}}$$

Ec.28

Donde:

$uCal$ = Incertidumbre de calibración de balanza

$uRes$ = Incertidumbre de resolución

2.22. Incertidumbre combinada

$$\mu_{con}(y) = y \sqrt{\sum \left(\frac{\mu_p}{P}\right)^2}$$

Ec.29

Donde:

$\frac{\mu_p}{P}$ = Incertidumbre estándar de cada una de las variables involucradas

y = Concentración de la variable

2.23. Incertidumbre expandida

$$U = k * \mu_c(y)$$

Ec.30

μ_c = Incertidumbre combinada

k = Factor de cobertura

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Los datos obtenidos durante la validación analítica se prepararon a través de hojas de cálculo de Excel para cada valor, las cuales fueron tabuladas e interpretadas para beneficio del laboratorio LABSU.

3.1. Linealidad

Las concentraciones de BTEX se determinaron mediante curvas de calibración, repetidas durante 3 días en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad, con 5 concentraciones en la matriz agua oscilaron entre 2,0, 6,0, 8,0, 10,0, 20,0 mg/L en cada componente benceno, tolueno, etilbenceno, o-xileno y en m, p-xileno 4,0, 12,0, 16,0, 20,0, 40,0 mg/L.

Las concentraciones en el suelo fueron: 0,7, 1,5, 2,0, 3,0, 5,0 mg/kg en benceno, tolueno, etilbenceno, o-xileno; para m, p-xileno: 1,4, 3,0, 4,0, 6,0, 10,0 mg/kg, y en emisiones a la atmosfera en BTEX: 12,0, 36,0, 48,0, 60,0, 120,0 mg/Kg usando el método de mínimos cuadrados.

Los resultados de concentración, área y el área promedio usando 4 cifras significativas se muestran a continuación:

Tabla 1-3: Resultados de linealidad en la matriz agua Benceno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		22/07/2021	23/07/2021	24/07/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	11,7802	2,93076
2	0,0000	0,0000	0,0000	14,5966	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	2,0000	60,3508	60,0056	43,9703	51,7607
5	2,0000	58,969	53,5492	56,9739	
6	2,0000	56,4736	38,827	36,7274	
7	6,0000	146,205	144,8803	148,6691	145,7876
8	6,0000	154,2206	140,699	139,6646	
9	6,0000	149,3422	147,4014	141,0068	
10	8,0000	198,5163	179,4312	177,8983	181,3834
11	8,0000	179,4312	175,442	182,3301	
12	8,0000	184,0762	178,5936	176,7323	
13	10,0000	239,2304	243,044	247,78	231,3229
14	10,0000	230,0976	223,3354	214,3909	
15	10,0000	226,3498	233,5974	224,0806	
16	20,0000	482,2468	463,4466	436,828	451,3979
17	20,0000	456,4072	448,8806	438,9664	
18	20,0000	466,133	440,1997	429,4734	
					a= 6,3430 b= 22,3158 Sb= 0,8077 r= 0,9976

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 2-3: Resultados de linealidad en la matriz agua Tolueno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (Independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		22/07/2021	23/07/2021	24/07/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	43,4045	41,4379	41,4784	39,54791
2	0,0000	39,9376	38,8068	38,9751	
3	0,0000	38,7897	37,5236	35,5776	
4	2,0000	101,527	101,656	95,0054	97,16380
5	2,0000	99,9422	94,464	96,8192	
6	2,0000	97,526	94,5821	92,9523	
7	6,0000	195,4425	190,8492	189,6151	190,60883
8	6,0000	198,0221	186,9271	182,0454	
9	6,0000	194,8614	195,1033	182,6134	

10	8,0000	249,0136	229,7797	230,2665	233,98612	
11	8,0000	229,7797	232,3484	236,9974		
12	8,0000	236,7828	230,6527	230,2543		
13	10,0000	290,527	289,2822	295,034	279,51949	
14	10,0000	277,4977	267,1096	264,589		
15	10,0000	276,7294	281,5319	273,3746		
16	20,0000	528,5203	521,574	490,01074	507,88769	
17	20,0000	499,1824	517,6938	492,284		
18	20,0000	515,2382	519,3346	487,1512		
					a= 47,1708	b= 23,1672
					Sb= 0,7083	r= 0,9996

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 3-3: Resultados de linealidad en la matriz agua Etilbenceno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio	
		22/07/2021	23/07/2021	24/07/2021		
	mg/L	Área	Área	Área	Área	
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000		
4	2,0000	40,7272	40,9341	38,6908	39,1551	
5	2,0000	40,2313	38,4506	39,2966		
6	2,0000	38,6249	40,0218	35,4184		
7	6,0000	120,0714	120,4862	117,0084	118,2949	
8	6,0000	121,7687	116,3814	112,7858		
9	6,0000	120,5497	120,4928	115,1101		
10	8,0000	162,1383	163,3058	162,7994	163,5698	
11	8,0000	163,3058	161,3978	168,0615		
12	8,0000	166,3794	163,2948	161,4454		
13	10,0000	200,9893	201,0472	204,868	195,0726	
14	10,0000	194,9974	187,4088	186,2884		
15	10,0000	193,8028	196,9794	189,2723		
16	20,0000	399,443	391,7396	378,9578	384,8352	
17	20,0000	383,8888	381,2707	375,281		
18	20,0000	392,4778	381,5044	378,954		
					a= 19,2452	b= 2,6082
					Sb= 0,4337	= 0,9996

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 4-3: Resultados de linealidad en la matriz agua m, p-Xileno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		22/07/2021	23/07/2021	24/07/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	4,0000	87,143	86,7475	80,8392	82,6177
5	4,0000	84,7288	81,1822	82,3087	
6	4,0000	83,0772	84,2207	73,3122	
7	12,0000	260,5034	258,4008	250,4953	254,1642
8	12,0000	263,905	250,7318	241,06	
9	12,0000	258,7937	259,6902	243,8972	
10	16,0000	352,5426	352,9966	353,2603	354,1592
11	16,0000	352,9966	348,4435	362,9357	
12	16,0000	361,6684	353,227	349,3618	
13	20,0000	437,9948	434,0514	443,6608	421,5171
14	20,0000	423,3738	405,188	399,2788	
15	20,0000	416,5292	424,5276	409,0494	
16	40,0000	870,4866	844,835	810,1446	830,3658
17	40,0000	829,6662	821,5771	805,772	
18	40,0000	850,4104	824,0328	816,3678	
				a= 5,0070	b= 20,7911
				Sb= 0,4436	r= 0,9996

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 5-3: Resultados de linealidad en la matriz agua o-Xileno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (Independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		22/07/2021	23/07/2021	24/07/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	2,0000	47,4921	47,6331	44,3803	45,5895
5	2,0000	47,3367	45,4232	45,1056	
6	2,0000	46,1117	46,338	40,485	
7	6,0000	143,5393	141,29	136,6106	139,7312
8	6,0000	145,5252	137,8846	133,9854	
9	6,0000	142,3769	141,6622	134,7064	

10	8,0000	189,5706	209,1309	203,2006	204,6922
11	8,0000	209,1309	209,5686	201,7334	
12	8,0000	214,5226	204,026	201,3463	
13	10,0000	240,7396	237,4901	221,6886	229,8045
14	10,0000	233,4414	223,085	222,3774	
15	10,0000	228,0026	234,1999	227,2156	
16	20,0000	473,4946	465,4515	443,2744	454,5885
17	20,0000	451,914	449,0423	444,8138	
18	20,0000	467,2008	450,1364	445,9691	
					a= 4,8236 b= 22,7033 Sb= 0,5429 r= 0,9985

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 6-3: Resultados de linealidad en la matriz suelo Benceno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		23/08/2021	24/08/2021	25/08/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	0,7000	22,7478	26,3819	24,8084	24,1877
5	0,7000	21,7108	24,4285	23,7986	
6	0,7000	23,9768	25,4818	24,3546	
7	1,5000	46,9606	46,1569	44,7346	45,4516
8	1,5000	46,092	47,2086	43,4977	
9	1,5000	45,7572	46,486	42,1711	
10	2,0000	57,1282	57,462	54,2174	55,5499
11	2,0000	55,1596	53,8737	52,7456	
12	2,0000	56,8626	58,2446	54,2552	
13	3,0000	80,6252	82,8918	78,6251	80,5546
14	3,0000	82,2356	82,2058	76,7868	
15	3,0000	81,5198	83,5106	76,591	
16	5,0000	133,8818	129,6244	122,8932	129,0243
17	5,0000	130,2048	132,1744	126,3867	
18	5,0000	129,0096	132,4806	124,5628	
					a= 25,2489 b= 4,4553 Sb= 0,4860 r= 0,9982

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 7-3: Resultados de linealidad en la matriz suelo Tolueno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		23/08/2021	24/08/2021	25/08/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	53,0846	47,2449	45,0291	50,7491
2	0,0000	51,6361	50,2842	51,5796	
3	0,0000	52,7936	53,1206	51,9692	
4	0,7000	65,7236	68,0294	61,0486	63,3744
5	0,7000	62,4227	62,1422	61,6757	
6	0,7000	61,9039	65,9862	61,437	
7	1,5000	88,3808	85,7376	81,1638	85,0332
8	1,5000	86,7148	87,249	82,788	
9	1,5000	87,0394	86,289	79,9368	
10	2,0000	96,6444	96,9892	96,6748	97,1461
11	2,0000	95,2473	98,1233	91,9953	
12	2,0000	97,6596	105,5493	95,4314	
13	3,0000	121,9282	123,9942	122,3486	124,0756
14	3,0000	125,0903	125,763	123,3548	
15	3,0000	125,0173	129,3169	119,8674	
16	5,0000	177,7962	170,87	166,7752	171,9782
17	5,0000	171,3242	175,3785	167,7167	
18	5,0000	172,7776	177,7922	167,3736	
				a= 48,4632	b= 24,7195
				Sb= 0,5249	r= 0,9993

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 8-3: Resultados de linealidad en la matriz suelo Etilbenceno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio
		23/08/2021	24/08/2021	25/08/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	0,7000	12,0342	11,929	10,7582	11,3927
5	0,7000	10,2866	10,7498	11,8697	
6	0,7000	11,2272	11,86	11,8197	
7	1,5000	29,836	25,6708	24,5164	25,8799
8	1,5000	26,9309	26,3414	24,5976	
9	1,5000	26,157	25,8158	23,0532	

10	2,0000	34,467	33,8115	34,9548	34,9621	
11	2,0000	33,887	39,5359	30,8631		
12	2,0000	34,5932	39,37	33,1767		
13	3,0000	53,6036	54,291	52,867	54,6086	
14	3,0000	56,5465	53,3302	53,8808		
15	3,0000	55,7378	56,3436	54,8768		
16	5,0000	97,286	91,4027	89,2752	92,7747	
17	5,0000	93,8832	93,6653	93,2493		
18	5,0000	91,9251	94,9155	89,3696		
					a= -1,4086	b= 18,6942
					Sb= 0,3502	r= 0,9996

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 9-3: Resultados de linealidad en la matriz suelo m, p-Xileno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (V. independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Promedio	
		23/08/2021	24/08/2021	25/08/2021		
	mg/kg	Área	Área	Área	Área	
1	0,0000	0,000	0,000	0,000	0,0000	
2	0,0000	0,000	0,000	0,000		
3	0,0000	0,000	0,000	0,000		
4	1,4000	24,1674	28,436	21,0568	24,3577	
5	1,4000	22,7266	24,3022	24,546		
6	1,4000	22,0524	27,1888	24,7428		
7	3,0000	63,2853	55,9681	52,3584	55,6691	
8	3,0000	57,4647	56,9288	53,0651		
9	3,0000	57,0024	55,7388	49,2105		
10	4,0000	74,5426	73,6248	74,6922	75,0727	
11	4,0000	73,5219	83,7209	65,9055		
12	4,0000	73,822	84,1644	71,6603		
13	6,0000	116,744	116,1385	116,0886	117,6600	
14	6,0000	121,1248	115,4148	115,879		
15	6,0000	119,9763	120,2696	117,3042		
16	10,0000	209,525	198,0201	195,1314	200,7044	
17	10,0000	202,6164	203,0434	199,3084		
18	10,0000	199,7322	206,3396	192,6233		
					a= -3,3362	b= 20,2246
					Sb= 0,3736	r= 0,9995

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 10-3: Resultados de linealidad en la matriz suelo o-Xileno

Observaciones	CONCENTRACIÓN (Independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4
		23/08/2021	24/08/2021	25/08/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
2	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
3	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	
4	2,0000	47,4921	47,6331	44,3803	45,5895
5	2,0000	47,3367	45,4232	45,1056	
6	2,0000	46,1117	46,338	40,485	
7	6,0000	143,5393	141,29	136,6106	139,7312
8	6,0000	145,5252	137,8846	133,9854	
9	6,0000	142,3769	141,6622	134,7064	
10	8,0000	189,5706	209,1309	203,2006	204,6922
11	8,0000	209,1309	209,5686	201,7334	
12	8,0000	214,5226	204,026	201,3463	
13	10,0000	240,7396	237,4901	221,6886	229,8045
14	10,0000	233,4414	223,085	222,3774	
15	10,0000	228,0026	234,1999	227,2156	
16	20,0000	473,4946	465,4515	433,2744	453,4774
17	20,0000	451,914	449,0423	444,8138	
18	20,0000	467,2008	450,1364	445,9691	
				a= 4,6041	b= 22,131
				Sb= 0,5429	r= 0,9984

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 11-3: Resultados de linealidad en la matriz Emisiones a la Atmósfera BTEX

Observaciones	CONCENTRACIÓN (Independiente)	Día 1	Día 2	Día 3	Día 4
		13/09/2021	14/09/2021	15/09/2021	
	mg/L	Área	Área	Área	Área
1	0,0000	43,4045	39,9376	50,5699	38,3094
2	0,0000	41,4379	38,8068	14,5966	
3	0,0000	41,4784	38,9751	35,5776	
4	12,0000	337,2401	336,9763	302,886	316,2869
5	12,0000	331,208	313,0692	320,504	
6	12,0000	321,8134	303,9896	278,8953	
7	36,0000	865,7616	855,9065	842,3985	848,5868
8	36,0000	883,4416	832,6239	809,5412	
9	36,0000	865,9239	864,3499	817,3339	
10	48,0000	1151,7814	1134,6442	1127,4251	1136,6797

11	48,0000	1134,6442	1111,2003	1158,0581	
12	48,0000	1163,4294	1129,7941	1119,1401	
13	60,0000	1409,4811	1404,9149	1433,0314	1359,4588
14	60,0000	1359,4079	1306,1268	1286,9245	
15	60,0000	1341,4138	1370,8362	1322,9925	
16	120,0000	2754,1913	2677,0467	2549,2218	2622,7426
17	120,0000	2621,0586	2598,4645	2557,1172	
18	120,0000	2691,4602	2598,2079	2557,9155	
				a= 65,4151	b= 21,4840
				Sb= 0,4640	r= 0,9996

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Utilizando el método de mínimos cuadrados, la ecuación de la recta para cada analito se calculó de la siguiente manera: Calcular la pendiente (b), Ec. 7 , Ec. 8 para el intercepto (a), Ec.9 calcular el sesgo de regresión (Sr), la correlación coeficiente (r) calculado a partir de la Ec. 10, los resultados para benceno, tolueno, etilbenceno, m,p-Xileno y o- xileno en agua son: 0,9976, 0,9996, 0,9996, 0,9996, 0,9985, respectivamente. Mientras que en el suelo: 0,9982, 0,9993, 0,9996, 0,9995, 0,9984 para benceno, tolueno, etilbenceno, m, p-xileno y o-Xileno. En emisiones a la atmósfera BTEX fue de 0,9996. Esto indica una relación lineal entre la concentración del analito (x) y el área del pico cromatográfico resultante (y) de la concentración de cada componente. A continuación, se muestran las gráficas realizadas con datos promedios para cada curva de calibración en la matriz: agua, suelo y emisiones a la atmosfera con ecuaciones de línea recta, obtenidas por regresión lineal y coeficientes de correlación.

Matriz Agua

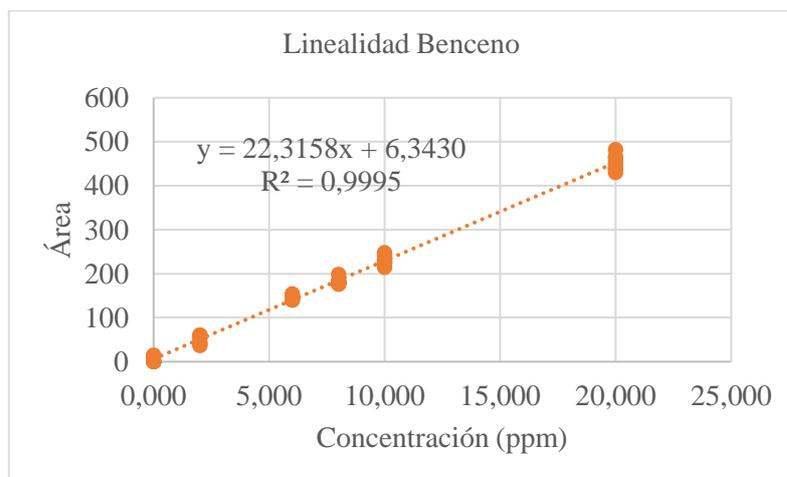


Gráfico 1-3: Linealidad Benceno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

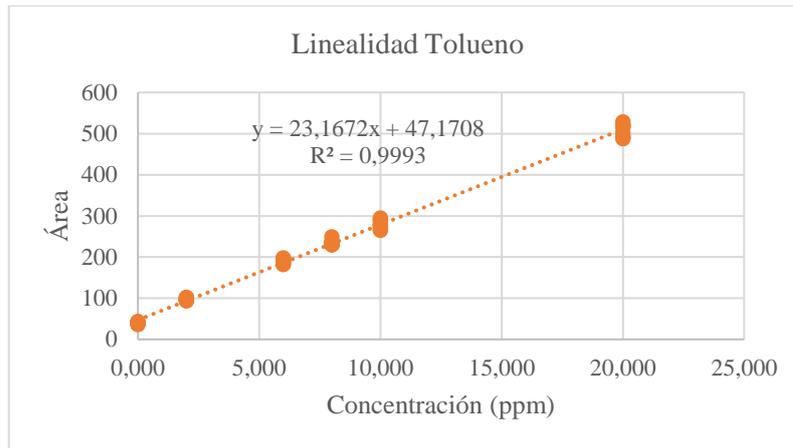


Gráfico 2-3: Linealidad Tolueno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

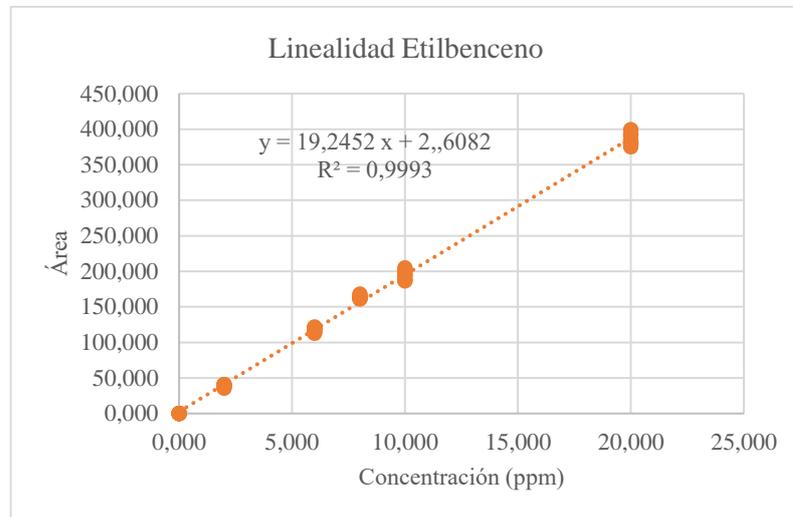


Gráfico 3-3: Linealidad Etilbenceno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

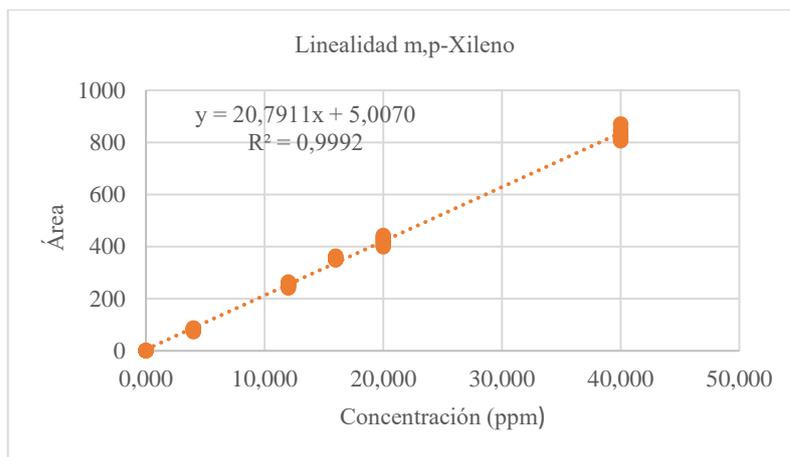


Gráfico 4-3: Linealidad m, p-Xileno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

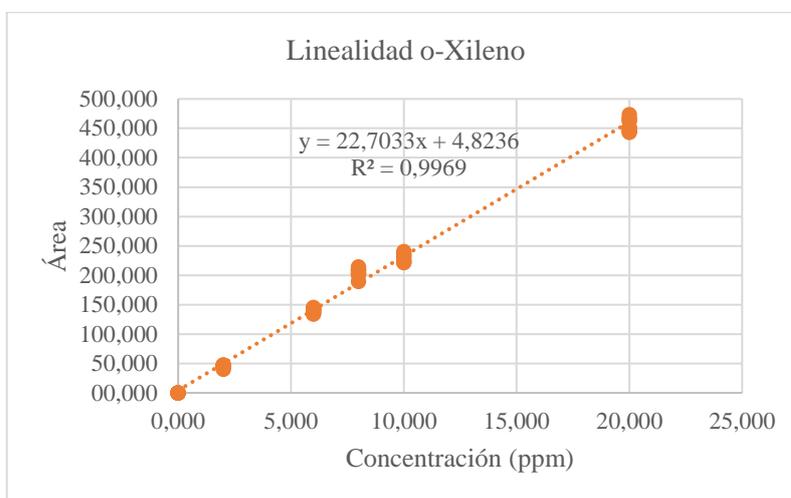


Gráfico 5-3: Linealidad o-Xileno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Matriz Suelo

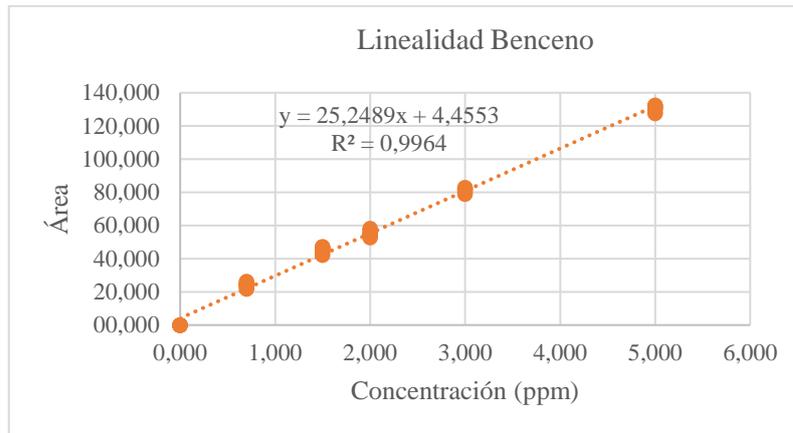


Gráfico 6-3: Linealidad Benceno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

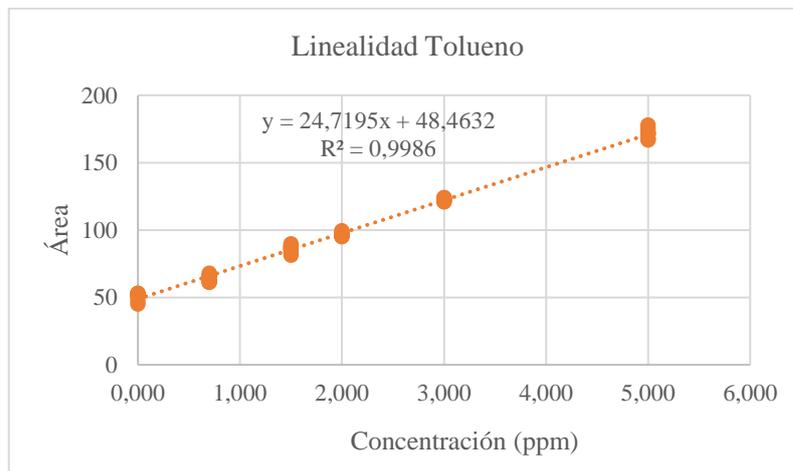


Gráfico 7-3: Linealidad Tolueno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

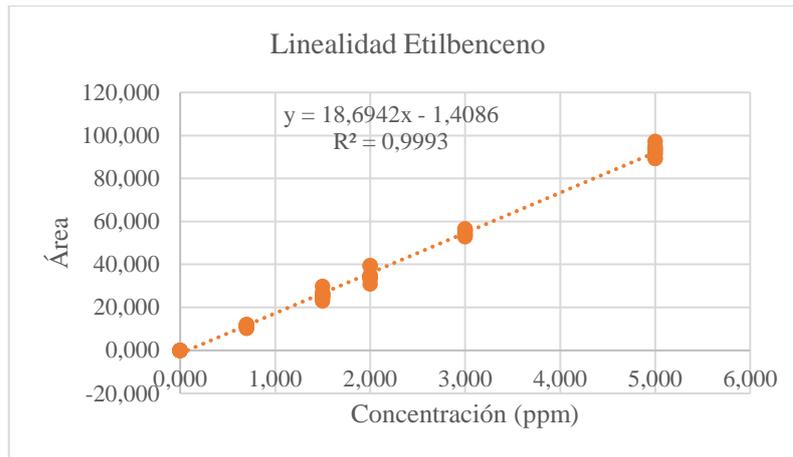


Gráfico 8-3: Linealidad Etilbenceno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

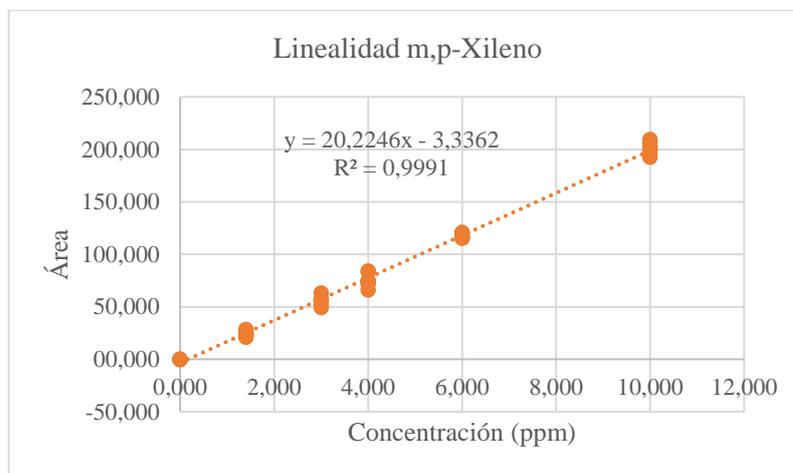


Gráfico 9-3: Linealidad m, p-Xileno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

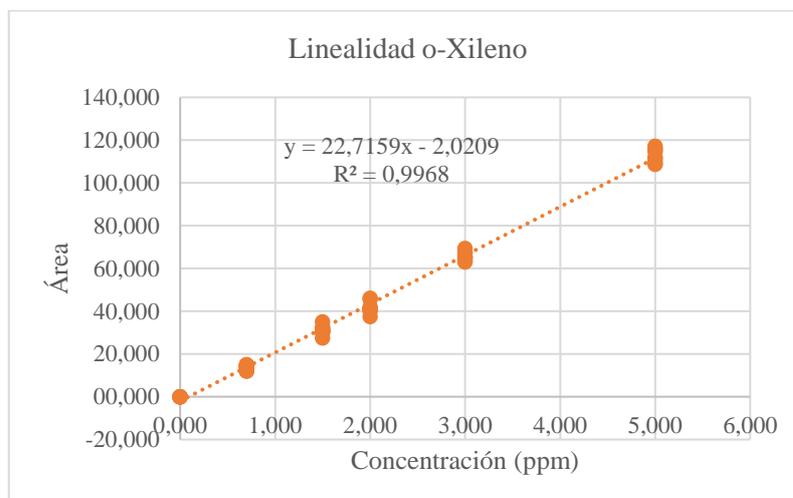


Gráfico 10-3: Linealidad o-Xileno

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Matriz Emisiones a la atmósfera

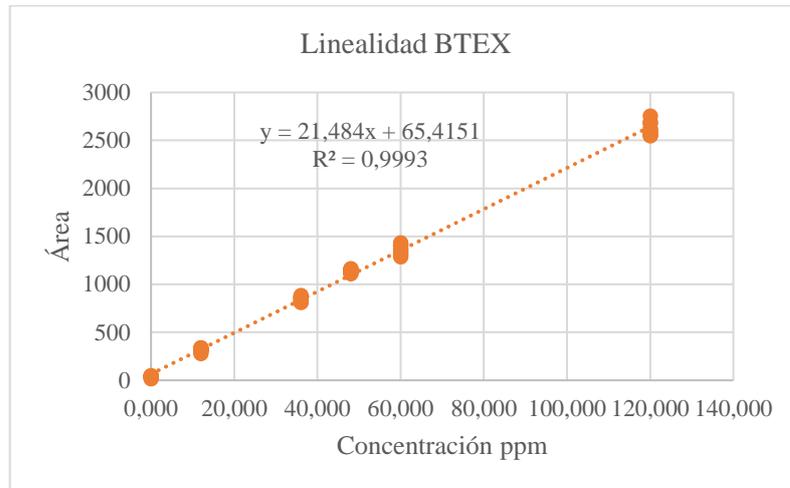


Gráfico 11-3: Linealidad BTEX

Realizado por: Villota Torres, Jennifer 2022.

Cada gráfico muestra la curva de calibración frente al área estándar en relación con la concentración del estándar interno. Esto se hace porque es necesario utilizar estándares de referencia conocidos para determinar la concentración de cada estándar. Una forma de corroborar la curva de calibración es con las verificaciones intermedias, un control de calidad interno en el laboratorio, que a su vez fue implementado para validar el desempeño del equipo, estableciendo un rango de variación $\pm 20\%$ y 2 intervalos de concentración conocidos en la matriz agua 4,0; 15,0 ppm en el suelo 1,0; 4,0 ppm para emisiones a la atmósfera 24,0; 90,0 ppm.

Tabla 12-3: Recuperación de VI en Benceno matriz agua

VERIFICACIÓN INTERMEDIA BENCENO EN AGUA				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
4,00	108,97	113,5	99,44	
4,00	96,5	99,8	100,98	
4,00	94,3	95,9	112,72	
PROMEDIO	99,92	103,07	104,38	102,46
15,00	100,78	97,9	96,45	
15,00	97,97	99,9	91,39	
15,00	95,14	105,7	101,16	
PROMEDIO	97,96	101,17	96,33	98,49

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 13-3: Recuperación de VI en Tolueno matriz agua

VERIFICACIÓN INTERMEDIA TOLUENO EN AGUA				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
4,00	107,74	107,95	94,76	
4,00	95,01	95,34	101,43	
4,00	91,74	100,46	112,72	
PROMEDIO	98,16	101,25	111,22	103,54
15,00	102,46	97,01	101,62	
15,00	98,32	96,54	99,35	
15,00	99,53	103,2	101,63	
PROMEDIO	100,1	98,92	100,87	99,96

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 14-3: Recuperación de VI en Etilbenceno matriz agua

VERIFICACIÓN INTERMEDIA ETILBENCENO EN AGUA				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
4,00	101,1	99,76	93,65	
4,00	90,2	88,61	91,95	
4,00	86,66	91,22	102,99	
PROMEDIO	92,65	93,2	111,22	99,02
15,00	101,9	99,77	101,38	
15,00	99,81	99,65	99,02	
15,00	100,28	105,09	100,84	
PROMEDIO	100,66	101,5	100,41	100,86

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 15-3: Recuperación de VI en m, p-Xileno matriz agua

VERIFICACIÓN INTERMEDIA m, p-XILENO EN AGUA				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
4,00	100,65	100,25	103,92	
4,00	89,89	88,49	92,69	
4,00	87,33	92,06	90,02	

PROMEDIO	92,62	93,6	111,22	99,15
15,00	102	99,88	101,9	
15,00	99,25	99,61	99,24	
15,00	100,14	105,45	101,5	
PROMEDIO	100,46	101,65	100,88	101,00

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 16-3: Recuperación de VI en o-Xileno matriz agua

VERIFICACIÓN INTERMEDIA o-XILENO EN AGUA				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
4,00	98,33	98,09	95,16	
4,00	88,28	87,5	94,19	
4,00	87,19	89,96	102,52	
PROMEDIO	91,27	91,85	111,22	98,11
15,00	101,86	99,28	102,7	
15,00	98,48	99,38	98,2	
15,00	100,18	104,26	100,87	
PROMEDIO	100,17	100,97	100,59	100,58

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 17-3: Recuperación de VI en Benceno matriz suelo

VERIFICACIÓN INTERMEDIA BENCENO EN SUELO				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
1,00	110,05	98,69	114,22	
1,00	114,03	90,69	113,68	
1,00	104,65	114,03	114,17	
PROMEDIO	109,58	101,14	111,22	107,31
4,00	98,9	93,31	99,62	
4,00	98,95	93,06	95,11	
4,00	100,53	91,89	94,59	
PROMEDIO	99,46	92,75	96,44	96,22

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 18-3: Recuperación de VI en Tolueno matriz suelo

VERIFICACIÓN INTERMEDIA TOLUENO EN SUELO				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
1,00	91,02	87,12	89,06	
1,00	89,86	88,03	87,05	
1,00	88,17	100,54	95,27	
PROMEDIO	89,68	91,9	111,22	97,60
4,00	97,69	90,07	99,09	
4,00	99,29	90,39	93,51	
4,00	101,41	90,56	91,61	
PROMEDIO	99,46	90,34	94,74	94,85

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 19-3: Recuperación de VI en Etilbenceno matriz suelo

VERIFICACIÓN INTERMEDIA ETILBENCENO EN SUELO				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
1,00	99,85	96,67	97,98	
1,00	98,34	87,02	95,39	
1,00	95,23	97,28	97,71	
PROMEDIO	97,81	93,66	111,22	100,90
4,00	95,34	94,35	95,81	
4,00	98,79	94,17	96,01	
4,00	97,31	94,56	94,29	
PROMEDIO	97,15	94,36	95,37	95,63

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 20-3: Recuperación de VI en m, p- Xileno matriz suelo

VERIFICACIÓN INTERMEDIA m, p-XILENO EN SUELO				% PROMEDIO TOTAL
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
1,00	97,54	93,18	95,84	
1,00	98,22	86,94	94,51	
1,00	96,16	97,03	97,75	

PROMEDIO	97,31	92,38	111,22	100,30
4,00	96,55	94,44	96,6	
4,00	96,31	94,49	95,36	
4,00	97,85	94,1	94,72	
PROMEDIO	96,9	94,34	95,56	95,60

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 21-3: Recuperación de VI en o- Xileno matriz suelo

VERIFICACIÓN INTERMEDIA o-XILENO EN SUELO				% PROMEDIO
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	TOTAL
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
1,00	96,69	93,88	100,77	
1,00	100,96	92,03	100,01	
1,00	94,7	102,41	96,27	
PROMEDIO	97,45	96,11	111,22	101,59
4,00	99,19	89,88	97,14	
4,00	98,9	91,59	96,56	
4,00	99,98	92,54	93	
PROMEDIO	99,36	91,34	95,57	95,42

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 22-3: Recuperación de VI en BTEX emisiones a la atmósfera

VERIFICACIÓN INTERMEDIA BTEX EMISIONES A LA ATMÓSFERA				% PROMEDIO
CONCE. TEÓRICA	DÍA 1	DÍA 2	DÍA 3	TOTAL
	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	% RECUPERACIÓN	
24,00	102,95	103,64	95,32	
24,00	91,64	91,62	96,34	
24,00	89,13	93,85	106,11	
PROMEDIO	94,57	96,37	111,22	100,72
90,00	101,83	99,36	100,83	
90,00	98,81	99,54	97,57	
90,00	99,69	105,33	101,10	
PROMEDIO	100,11	101,41	99,83	100,45

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Las verificaciones intermedias para cada matriz cuentan con un valor estimado de $\pm 20\%$ en los resultados obtenidos, en agua con la concentración de 4,00 ppm en el componente tolueno tiene mayor recuperación con un 103,56% y en la concentración de 4,00ppm de 98,11% en el

componente o-Xileno. En la matriz suelo con una concentración de 1,00ppm la verificación intermedia fue 107,31% en benceno mientras que la concentración de 4,00ppm obtuvo 94,85 % en tolueno. Con la concentración de 24,00 y 90,00ppm se obtuvo un rango de 100,75% y 100,45% en Emisiones a la atmosfera, es decir estas recuperaciones aseguran la validez de los resultados experimentales y que el equipo está en óptimas condiciones.

Tabla 23-3: Nivel de confianza de verificaciones intermedias en cada matriz

Matriz	% Benceno	% Tolueno	% Etilbenceno	% m, p-Xileno	% o-Xileno	% BTEX
Agua	13	8	13	13	13	
Suelo	14	13	13	13	10	
Emisiones a la Atmósfera						11

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

El nivel de confianza del desempeño del equipo se obtuvo durante el período de validación de tres días para cada matriz, los resultados garantizan que el equipo junto con los instrumentos estuvieron calibrados ya que se puede observar en la tabla 23-3 que los valores se encuentran dentro del rango de 20% permitido a cada componente y en BTEX global.

3.2. Límite de detección (LD)

Tabla 24-3: Valores del (L.D) en componentes individuales BTEX matriz agua

Matriz	Benceno	Tolueno	Etilbenceno	m, p-Xileno	o-Xileno	BTEX
Agua	0,0040 mg/L	0,0040 mg/L	0,0040 mg/L	0,0080 mg/L	0,0040 mg/L	
Suelo	0,010 mg/kg	0,010 mg/kg	0,010 mg/kg	0,019 mg/kg	0,010 mg/kg	
Emisiones a la Atmósfera						33,0059 mg/kg

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

La Ec.11 se usó para los datos del límite de detección y para obtener el área del blanco la Ec.12, cada valor obtenido se reporta con base al punto de calibración para cada nivel, convirtiendo la concentración de cada muestra correspondiente a cada matriz.

3.3. Límite de cuantificación (LC)

Para determinar el límite de cuantificación en cada matriz, se utilizó el valor más bajo establecido en la curva de calibración para cuantificar y obtener linealidad dentro del método validado.

Tabla 25-3: Valores del (L.C) en componentes individuales BTEX matriz agua

Matriz	Benceno	Tolueno	Etilbenceno	m, p-Xileno	o-Xileno	BTEX
Agua	0,0120 mg/l	0,0120 mg/l	0,0120 mg/l	0,0240 mg/l	0,0120 mg/l	
Suelo	0,0290 mg/kg	0,0290 mg/kg	0,0290 mg/kg	0,0580 mg/kg	0,0290 mg/kg	
Emisiones a la Atmósfera						60,0000 mg/kg

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

3.4. Rango de trabajo validado

Tabla 26-3: Valores rango de trabajo en componentes individuales BTEX matriz agua

Matriz	Benceno	Tolueno	Etilbenceno	m, p-Xileno	o-Xileno	BTEX
Agua	0,0120 - 0,0600mg/l	0,0120 - 0,0600mg/l	0,0120 - 0,0600mg/l	0,0240 - 0,1200mg/l	0,0120 - 0,0600mg/l	
Suelo	0,0290- 0,2080 mg/kg	0,0290- 0,2080 mg/kg	0,0290- 0,2080 mg/kg	0,0580- 0,4160 mg/kg	0,0290- 0,2080 mg/kg	
Emisiones a la Atmósfera						60,0000 - 600,0000mg/kg

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

El rango de trabajo fue definido con los valores obtenidos en la Tabla 26-3, se realizó a tres niveles de concentración fortificadas en agua: 0,0120, 0,0180, 0,0600 mg/l para benceno, tolueno, etilbenceno, orto-xileno en m, p xileno 0,0240, 0,0360, 0,1200 mg/l; suelo: 0,0290, 0,0630, 0,2080 mg/kg respectivamente a cada componente y m, p-Xileno: 0,0580, 0,1260, 0,4160mg/kg. Las concentraciones de emisiones a la atmósfera fueron 60,0000, 240,0000, 600,000 mg/kg BTEX, usando 500ml en muestras de agua, 2g de arcilla en suelo y 2g de *Amberlite Resina XAD₂* en emisiones a la atmósfera.

3.5. Precisión

Los datos de desviación estándar de repetibilidad, desviación estándar de reproducibilidad y coeficiente de variación se obtuvieron utilizando las ecuaciones detalladas en el Capítulo 2 (Ecuación 13-Ecuación 17). Los datos fueron obtenidos en mg/L, mg/Kg para cada matriz son:

Tabla 27-3: Resumen de repetibilidad de cada componente en agua

REPETIBILIDAD								
	BENCENO		TOLUENO		ETILBENCENO		o-XILENO	
Nivel: mg/L	Sr	%CVr	Sr	%CVr	Sr	%CVr	Sr	%CVr
0,0120	0,0019	15,93	0,0005	4,86	0,0006	4,88	0,0008	6,29
0,0180	0,0016	9,72	0,0011	6,97	0,0008	4,54	0,0008	4,15
0,0600	0,0009	1,71	0,001	1,93	0,0009	1,38	0,001	1,68
REPETIBILIDAD								
	m, p-XILENO							
Nivel: mg/L	Sr	%CVr						
0,0240	0,012	4,62						
0,0360	0,0018	5,63						
0,1200	0,0023	1,85						

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 28-3: Resumen de reproducibilidad de cada componente en agua

REPRODUCIBILIDAD								
	BENCENO		TOLUENO		ETILBENCENO		o-XILENO	
Nivel: mg/L	SR	%CVR	SR	%CVR	SR	%CVR	SR	%CVR
0,0120	0,0019	15,93	0,0004	4,03	0,0006	4,88	0,0008	6,29
0,0180	0,0016	9,72	0,0011	6,97	0,0009	5,36	0,001	5,14
0,0600	0,0013	2,52	0,001	1,93	0,0012	1,83	0,0013	2,13
REPRODUCIBILIDAD								
	m, p-XILENO							
Nivel: mg/L	SR	%CVR						
0,0240	0,012	4,62						
0,0360	0,0018	5,63						
0,1200	0,0023	1,85						

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 29-3: Resumen de repetibilidad de cada componente en suelo

REPETIBILIDAD								
	BENCENO		TOLUENO		ETILBENCENO		o-XILENO	
Nivel: mg/Kg	Sr	%CVr	Sr	%CVr	Sr	%CVr	Sr	%CVr
0,0290	0,0022	7,88	0,0025	7,99	0,0016	5,76	0,0021	6,59
0,0630	0,0011	2,03	0,0024	3,35	0,0049	8,28	0,0057	9,39
0,2080	0,0168	8,02	0,0102	5,41	0,0049	2,31	0,0086	3,73
REPETIBILIDAD								
	m, p-XILENO							
Nivel: mg/Kg	Sr	%CVr						
0,0580	0,0032	5,64						
0,1260	0,01	8,43						
0,4160	0,012	2,77						

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 30-3: Resumen de reproducibilidad de cada componente en suelo

REPRODUCIBILIDAD								
	BENCENO		TOLUENO		ETILBENCENO		o-XILENO	
Nivel: mg/Kg	SR	%CVR	SR	%CVR	SR	%CVR	SR	%CVR
0,0290	0,0027	9,78	0,0033	10,38	0,0021	7,61	0,0019	5,96
0,0630	0,0011	2,13	0,0032	4,43	0,0059	9,88	0,0069	11,32
0,2080	0,0254	12,09	0,0102	5,41	0,006	2,81	0,0106	4,57
REPRODUCIBILIDAD								
	m, p-XILENO							
Nivel: mg/Kg	SR	%CVR						
0,0580	0,0042	7,56						
0,1260	0,0122	10,28						
0,4160	0,0151	3,51						

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 31-3: Resumen de repetibilidad y reproducibilidad en emisiones a la atmósfera

Nivel: mg/Kg	Repetibilidad		Reproducibilidad	
	Sr	%CVr	SR	%CVR
60,000	2,538	4,58	3,323	5,99
240,000	14,282	6,83	14,520	6,95
600,000	17,247	3,24	17,247	3,24

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Los valores de las muestras fortificadas a diferentes concentraciones durante los tres días de validación para cada matriz demuestran que es un método repetible y reproducible aceptado por el laboratorio, garantizando así la confiabilidad de dichos parámetros. Los datos de los diferentes

coeficientes utilizados para calcular la repetibilidad y la reproducibilidad se obtuvieron del análisis de varianza.

Tabla 32-3: Precisión obtenida en cada matriz

Matriz	% Benceno	% Tolueno	% Etilbenceno	% m, p-Xileno	% o-Xileno	% BTEX
Agua	16	7	5	5	6	
Suelo	8	8	8	8	9	
Emisiones a la Atmósfera						7

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Estos datos se obtuvieron realizando 9 repeticiones durante la validación, es decir 3 repeticiones por día para cada concentración. Los datos de la tabla 32-3 están dentro de la estimación de la variación del 20% en precisión, es decir, garantiza la eficiencia del ensayo.

3.6. Análisis de varianza

Durante la validación, se utilizó la Tabla 18-2, que muestra las fórmulas de ANOVA que permiten el cálculo del origen de la varianza, la suma de las diferencias cuadráticas (SDC), y diferencias cuadráticas medias (DCM), y una prueba F - Cálculo y Tabulación de Fisher y para determinar si no existe diferencia significativa entre grupos en cada nivel de fortificados, los datos obtenidos fueron:

Tabla 33-3: Análisis de varianza en Benceno matriz agua

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	<i>F CAL</i>	<i>F TAB</i>	¿Es $F_{cal} < F_{tab}$?	
0,0120	1,229E-06	0,000	0,000	6,14E-07	3,57E-06	2,83E-06	0,172093578	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,0180	1,107E-06	0,000	0,000	5,53E-07	2,64E-06	2,12E-06	0,209367561	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,0600	6,06E-06	0,000	1,118E-05	3,03E-06	8,53E-07	1,4E-06	3,554369563	5,1432528	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 34-3: Análisis de varianza en Tolueno matriz agua

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,012 0	5,912E -07	0,000	0,000	2,96E -07	2,47E -07	2,59E -07	1,19494602 3	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,018 0	1,19E- 06	0,000 0	0,0000	5,95E -07	1,17E -06	1,03E -06	0,50660924 3	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,060 0	2,686E -06	0,000 0	8,241E -06	1,34E -06	9,26E -07	1,03E -06	1,45067522 9	5,143252 8	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 35-3: Análisis de varianza en Etilbenceno matriz agua

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,012 0	1,883E -07	0,000	0,000	9,41E -08	4,11E -07	3,32E -07	0,22907693 8	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,018 0	2,474E -06	0,000 0	0,0000	1,24E -06	5,71E -07	7,37E -07	2,16707065 3	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,060 0	5,298E -06	0,000 0	1,009E -05	2,65E -06	7,99E -07	1,26E -06	3,31614007 9	5,143252 8	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 36-3: Análisis de varianza en m, p-Xileno matriz agua

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,024 0	8,907E -07	0,000	0,000	4,45E -07	1,48E -06	1,22E -06	0,30190830 6	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,036 0	9,387E -06	0,000 0	0,0000	4,69E -06	2,76E -06	3,24E -06	1,70192024 6	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,120 0	2,023E -05	0,000 0	3,819E -05	1,01E -05	2,99E -06	4,77E -06	3,37712327 4	5,143252 8	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 37-3: Análisis de varianza en o-Xileno matriz agua

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,012 0	1,213E- 07	0,000	0,000	6,06E- 08	7,19E- 07	5,54E- 07	0,08435491 1	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,018 0	3,68E- 06	0,000	0,0000	1,84E- 06	6,23E- 07	9,27E- 07	2,95513923 1	5,143252 8	si	grupo homogéneo
0,060 0	4,662E- 06	0,000	1,087E- 05	2,33E- 06	1,04E- 06	1,36E- 06	2,25165149 8	5,143252 8	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 38-3: Análisis de varianza en Benceno matriz suelo

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,02 90	7,387E- 05	0,00	0,000	1,48E- 05	4,68E- 06	1,05E- 05	3,1545454 25	3,48165 87	si	grupo homogéneo
0,06 30	2,878E- 06	0,00	0,0000	1,44E- 06	1,11E- 06	1,19E- 06	1,2972853 27	5,14325 28	si	grupo homogéneo
0,20 80	0,00273 03	0,00	0,00443 19	0,0013 65	0,0002 84	0,0005 54	4,8139578 93	5,14325 28	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 39-3: Análisis de varianza en Tolueno matriz suelo

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,029 0	5,803E- 05	0,000	0,000	2,9E- 05	7,56E- 06	1,29 E-05	3,8390702 11	5,14325 28	si	grupo homogéneo
0,063 0	3,828E- 05	0,000	0,0001	1,91 E-05	5,92E- 06	9,23 E-06	3,2320096 61	5,14325 28	si	grupo homogéneo
0,208 0	0,00013 21	0,000	0,00075 23	6,61 E-05	0,0001 03	9,4E- 05	0,6390603 14	5,14325 28	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 40-3: Análisis de varianza en Etilbenceno matriz suelo

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,029 0	1,701E- 05	0,000	0,000	8,5E- 06	2,63 E-06	4,1E- 06	3,2387640 34	5,1432 528	si	grupo homogéneo
0,063 0	0,00011 11	0,000	0,0003	5,56E- 05	2,45 E-05	3,22E- 05	2,2709359 99	5,1432 528	si	grupo homogéneo
0,208 0	0,00011 9	0,000	0,00026 59	5,95E- 05	2,45 E-05	3,32E- 05	2,4302454 7	5,1432 528	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 41-3: Análisis de varianza en m, p-Xileno matriz suelo

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,0580	6,77E-05	0,000	0,000	3,39E-05	1E-05	1,6E-05	3,380043494	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,1260	0,0004901	0,0006	0,0011	0,000245	9,96E-05	0,000136	2,460524894	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,4160	0,0008029	0,0009	0,0016599	0,000401	0,000143	0,000207	2,810504706	5,1432528	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 42-3: Análisis de varianza en o-Xileno matriz suelo

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CAL	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
0,0290	3,915E-06	0,0000	0,0000	1,96E-06	4,26E-06	3,68E-06	0,459984353	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,0630	0,0001546	0,0002	0,0000	7,73E-05	3,28E-05	4,39E-05	2,355846223	5,1432528	si	grupo homogéneo
0,2080	0,0003724	0,0004	0,0001	0,000186	7,44E-05	0,000102	2,501288422	5,1432528	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 43-3: Análisis de varianza matriz BTEX Emisiones a la Atmósfera

	<i>SDC B</i>	<i>SDC W</i>	<i>SDC T</i>	<i>DCM B</i>	<i>DCM W</i>	<i>DCM T</i>	F CALC	F TAB	¿Es Fcal < F tab?	
60.0000	40,469145	38,659	79,128	20,23457	6,443136	9,890995	3,14048529	5,1432528	si	grupo homogéneo
240.0000	448,96563	1223,8961	1672,8618	224,4828	203,9827	209,1077	1,100499334	5,1432528	si	grupo homogéneo
600.0000	339,74785	1784,7890	2124,5369	169,8739	297,4648	265,5671	0,571072284	5,1432528	si	grupo homogéneo

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Los resultados estadísticos obtenidos mediante el análisis de varianza (ANOVA) de la prueba de Fisher arrojaron un nivel de confianza del 95% en los tres niveles de concentración correspondientes a cada matriz, manteniendo la homogeneidad entre los grupos. El valor F calculado es menor que el F en la tabulado. De esta forma, el método cumple las condiciones de reproducibilidad y reproducibilidad durante el proceso de validación.

3.7. Exactitud del método

Se realizó la exactitud en matrices de agua, suelo y emisiones a la atmósfera a tres niveles de concentración en los fortificados correspondientes a tres días por cada matriz, para obtener concentraciones en mg/l en la matriz de agua, mg/kg en la matriz del suelo y en emisiones a la atmósfera de acuerdo al reglamento interno del laboratorio. El rango aceptable de variación teórico es $\pm 20\%$, es decir entre 80-120%.

Tabla 44-3: Porcentajes de recuperación en cada matriz

Agua				Suelo			Emisiones a la atmósfera	
	Concentración	(%) Máximo	(%) Mínimo	Concentración	(%) Máximo	(%) Mínimo	(%) Máximo	(%) Mínimo
Benceno	0,0120	117,98	82,88	0,0290	115,20	80,87		
	0,0180	107,67	81,64	0,0630	84,83	80,07		
	0,0600	91,41	85,26	0,2080	118,95	82,91		
Tolueno	0,0120	88,83	80,03	0,0290	119,81	91,60		
	0,0180	97,02	80,02	0,0630	119,64	106,66		
	0,0600	86,66	80,19	0,2080	99,13	84,05		
Etilbenceno	0,0120	115,35	102,68	0,0290	105,18	87,81		
	0,0180	100,29	86,96	0,0630	108,10	80,72		
	0,0600	111,01	105,27	0,2080	106,64	96,76		
m, p-Xileno	0,0240	116,04	102,70	0,0580	104,08	84,10		
	0,0360	99,82	85,57	0,1260	107,26	80,95		
	0,1200	107,17	88,86	0,4160	108,30	95,97		
o-Xileno	0,0120	119,90	103,04	0,0290	113,84	94,80		
	0,0180	114,24	99,40	0,0630	109,48	82,94		
	0,0600	104,63	98,10	0,2080	116,48	100,90		
BTEX	60,0000						98,92	84,51
	240,0000						95,89	80,22
	600,0000						92,43	84,91

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Como puede verse en la Tabla 44-3, las recuperaciones oscilaron entre 80,02 % y 119,90 % independientemente del compuesto y la matriz utilizada. Los valores que contienen un porcentaje de recuperación mínimo, son favorables ya que indican una medición más exacta con una presencia pequeña de errores sistemáticos.

Tabla 45-3: Comparación de los resultados obtenidos en emisiones a la atmósfera.

Resultado Emisiones a la atmósfera BTEX	Linealidad	Límite de Detección	Límite Cuantificación	Intervalo de trabajo	% de Recuperación	Incertidumbre (U)	Repetibilidad y Reproducibilidad
Bolsas tedlar	r=0,9921	6,0 mg/L	60,0 mg/L	60,0-600,0mg/L	± 30%	22%	15%
Resina Amberlite XAD ₂	r=0,9996	33,0059 mg/kg	60,0000 mg/kg	60,0000-600,0000 mg/kg	± 20%	32%	11%

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Con base al resultado obtenido por el *GC SRI 8610C* en inyección líquida con resina *Amberlite XAD₂* del método BTEX en emisiones a la atmósfera, se determinó el límite de detección con 3 repeticiones en cada una de las concentraciones por día obteniendo un valor confiable basado en el Acuerdo Ministerial 097. ANEXO 3 DEL LIBRO VI DEL TEXTO UNIFICADO DE LEGISLACION SECUNDARIA DEL MINISTERIO DEL AMBIENTE NORMA DE EMISIONES AL AIRE DESDE FUENTES FIJAS, el intervalo de trabajo se mantiene, puesto que se realizó con el mismo equipo, el porcentaje de recuperación es menor al 20% garantizando estimaciones fiables en el desempeño del método durante el uso diario. La incertidumbre es mayor ya que el método se realizó con inyección manual lo cual genera interferencia. La precisión es de 11% menor que con el método de bolsas tedlar garantizando la reproducibilidad y replicación del método con materiales asequibles obteniendo resultados confiables. Siendo este método el más viable para realizarse dentro del Laboratorio Ambiental LABSU.

Tabla 46-3: Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en agua

Parámetros	Objetivo establecido	Objetivo alcanzado en Agua	Observaciones
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX en cada componente para muestras de Agua y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Determinar BTEX en cada componente para la matriz de Agua y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Cumple
Linealidad/Función de respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.	$r = 0,9998, 0,9996, 0,9996, 0,9996, 0,9985$ Benceno, Tolueno, m, p, o-Xileno	Cumple
Límite de detección	0,0040mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0080mg/L m, p-Xileno	0,0040mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0080mg/L m, p-Xileno	Cumple
Límite de cuantificación	0,0120 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 mg/L m, p-Xileno	0,0120 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 mg/L m, p-Xileno	Cumple
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	$SR \leq 20\%$ en CV en todos los niveles.	$SR = 16\%$ Benceno, 7% Tolueno, 5% Etilbenceno, 5% m, p Xileno y 6% o-Xileno.	Cumple
Exactitud	80 -120% recuperación en todos los niveles.	81,64% Benceno, 80,02%, Tolueno 86,96% Etilbenceno 85,57%, m, p-Xileno, 98,10% o-Xileno	Cumple
Incertidumbre	$U \leq 40\%$ en todos los niveles con un intervalo de confianza de al menos 95,45%	$U = 37\%$ Benceno, 21% Tolueno, 22% Etilbenceno, 15% m, p-Xileno y 22 o-Xileno.	Cumple
Intervalo de trabajo	0,0120 – 0,0600 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 – 0,1200 mg/L m, p-Xileno	0,0120 – 0,0600 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0240 – 0,1200 mg/L m, p-Xileno	Cumple

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 47-3: Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en suelo

Parámetros	Objetivo establecido	Objetivo alcanzado	Observaciones
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX en cada componente para muestras de Suelo y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Determinar BTEX en cada componente para la matriz de Suelo y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Cumple
Linealidad/Función de respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.	$r = 0,9981, 0,9993, 0,9996, 0,9995, 0,9984$ Benceno, Tolueno, Etilbenceno, m, p, o-Xileno	Cumple
Límite de detección	0,010mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,019mg/L m, p-Xileno	0,010mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,019mg/L m, p-Xileno	Cumple
Límite de cuantificación	0,029 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,058 mg/L m, p-Xileno	0,029 mg/L Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,058 mg/L m, p-Xileno	Cumple
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	$SR \leq 20\%$ en CV en todos los niveles.	$SR = 8\%$ Benceno, 8% Tolueno, 8% Etilbenceno, 8% m, p Xileno y 9% o-Xileno.	Cumple
Exactitud	80 -120% recuperación en todos los niveles.	80,07% Benceno, 84,05%, Tolueno 80,72% Etilbenceno 80,95%, m, p-Xileno, 82,94% o-Xileno	Cumple
Incertidumbre	$U \leq 40\%$ en todos los niveles con un intervalo de confianza de al menos 95,45%	$U = 28\%$ Benceno, 29% Tolueno, 28% Etilbenceno, 24% m, p-Xileno y 31 o-Xileno.	Cumple
Intervalo de trabajo	0,0290 -0,2080 mg/kg Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0580 - 0,4160 mg/kg m, p-Xileno	0,0290 -0,2080 mg/kg Benceno, Tolueno, o-Xileno; 0,0580 - 0,4160 mg/kg m, p-Xileno	Cumple

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 48-3: Análisis comparativo de los objetivos obtenidos en emisiones a la atmósfera

Parámetros	Objetivo establecido	Objetivo alcanzado	Observaciones
Selectividad / Especificidad	Determinar BTEX para muestras de Emisiones a la atmosfera y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Determinar BTEX para la matriz de Emisiones a la atmósfera y aplicar todas las consideraciones que se enuncia en el método <i>SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems</i> , conociendo las interferencias que pueden causar a la medición.	Cumple
Linealidad/Función respuesta	Elaborar curva de calibración, y el coeficiente de correlación $r \geq 0,995$.	$r = 0,9996$	Cumple
Límite de detección	33,0059 mg/kg	33,0059 mg/kg	Cumple
Límite de cuantificación	60,0000 mg/kg	60,0000 mg/kg	Cumple
Precisión (repetibilidad y/o reproducibilidad)	$SR \leq 20\%$ en CV en todos los niveles.	7% BTEX	Cumple
Exactitud	80 -120% recuperación en todos los niveles.	80,22% BTEX	Cumple
Incertidumbre	$U \leq 40\%$ en todos los niveles con un intervalo de confianza de al menos 95,45%	$U = 32\%$	Cumple
Intervalo de trabajo	60,0000-600,0000mg/kg	60,0000-600,0000mg/kg	Cumple

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Con los datos obtenidos se pudo observar que se cumplen con los objetivos establecidos por el laboratorio, permitiendo la aceptación y aprobación de la validación por dirección general siendo apto para ser utilizado por el laboratorio ambiental LABSU.

3.8. Incertidumbre

La incertidumbre de intervención durante la validación es el factor de cobertura ($k=2$), que se aplica a un factor de intensificación del nivel de confianza del 95 % que incluye la incertidumbre estándar combinada (u) y la extensión (U).

3.8.1. Identificación

La calibración del instrumento, la pureza del reactivo y los errores aleatorios generados por los analistas durante la validación del método, la inyección líquida manual, la calibración del material de vidrio y la calibración automática de la pipeta pueden afectar la incertidumbre.

3.8.2. Cuantificación

Durante la fase de cuantificación, las fuentes de incertidumbre se expresan en unidades correspondientes a cada instrumento, materiales de vidrio, certificados de calibración, que están asociadas al experimento, es decir, al número de repeticiones realizadas en la validación.

Esto es lo que se identificó del certificado:

Tabla 49-3: Incertidumbres ocupadas en la validación

Material de vidrio	Tipo de incertidumbre	Valor del certificado	Incertidumbre
Pipeta 0.5ml	Desviación estándar de tolerancia	0,003	0.001ml
Pipeta de 1ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0002	0.0003 ml
Pipeta 2 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0003	0,001 ml
Pipeta 3 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0001	0,002 ml
Pipeta 4 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0001	0,002 ml
Pipeta 5 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0006	0,004 ml
Pipeta 10 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,0005	0,004 ml
Matraz 10 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,001	0,011 ml
Matraz 25 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,001	0,004 ml
Matraz 50 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,001	0,043 ml
Matraz 100 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,002	0,043 ml
Probeta 500 ml	Desviación estándar de tolerancia	0,001	0,044 ml

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

3.9. Incertidumbre típica combinada del material volumétrico

Las incertidumbres para los materiales volumétricos se obtuvieron durante la validación de diferentes matrices, utilizando las ecuaciones: 22-25, consulte el Capítulo II.

Tabla 50-3: Incertidumbre del material de vidrio

Material de vidrio	<i>k</i>	$u(V_{cal})$	$u(V_{temp})$	$u(V_{rep})$	$u(V_f)$ ml
Pipeta 0.5ml	2	0,00034	0,000182	0,003	0,001
Pipeta 2 ml	2	0,001	0,00073	0,0001	0,001
Pipeta 3 ml	2	0,001	0,001	0,0003	0,001
Pipeta 4 ml	2	0,00097	0,00145	0,0001	0,002
Pipeta 5 ml	2	0,001	0,00182	0,0001	0,002
Pipeta 10 ml	2	0,0012	0,00364	0,0006	0,004
Matraz 10 ml	2	0,0022	0,004	0,0005	0,004
Matraz 25 ml	2	0,0037	0,011	0,001	0,011
Matraz 50 ml	2	0,0056	0,043	0,001	0,043
Matraz 100 ml	2	0,008	0,043	0,002	0,043
Probeta 500 ml	2	0,012	0,043	0,001	0,044

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

3.10. Incertidumbre típica combinada de masa

Las incertidumbres de masa típicas utilizadas para validar BTEX en matrices de suelo y emisiones a la atmósfera se calcularon con la ayuda de Ec.: 26,27,28. Estos valores se obtuvieron con una balanza analítica calibrada.

$$\mu P(Muestra) = \sqrt{(\mu Cal)^2 + \mu(Res)^2}$$

$$\mu P(Muestra) \sqrt{(0,0011547)^2 + (0,00010)^2}$$

$$\mu P(Muestra) = 0,00116g$$

3.11. Incertidumbre típica combinada a partir de los puntos de calibración

Para obtener la incertidumbre combinada de los puntos de calibración se calculó la incertidumbre de la resolución del dispositivo y su factor de respuesta. Se obtuvo los siguientes datos.

$$\mu_{cal} \sqrt{(\mu_{FR})^2 + (\mu_{Res})^2 + (\mu_{pp})^2}$$

Ec.31

Tabla 51-3: Incertidumbre en puntos de calibración Benceno en agua

Punto de calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17519	0,52508	0,7001	0,87497	1,7488
μ_{FR}	0,3872	0,3872	0,3872	0,3872	0,3872
$\mu(\text{resol})$	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006
μ_{cal}	0,4250	0,6524	0,8000	0,9568	1,7911
% u	3,54	1,81	1,67	1,59	1,49

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 52-3: Incertidumbre en puntos de calibración Tolueno en agua

Punto de calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17611	0,52786	0,7038	0,87960	1,7581
μ_{FR}	0,2653	0,2653	0,2653	0,2653	0,2653
$\mu(\text{resol})$	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006
μ_{cal}	0,3185	0,5908	0,7521	0,9188	1,7780
% u	2,65	1,64	1,57	1,53	1,48

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 53-3: Incertidumbre en puntos de calibración Etilbenceno en agua

Punto de calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17611	0,52786	0,7038	0,87960	1,7581
μ_{FR}	0,3872	0,3872	0,3872	0,3872	0,3872
$\mu(\text{resol})$	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006
μ_{cal}	0,4254	0,6547	0,8033	0,9611	1,8002
% u	3,54	1,82	1,67	1,60	1,50

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 54-3: Incertidumbre en puntos de calibración m, p-Xileno en agua

Punto de calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17611	0,52786	0,7038	0,87960	1,7581
μ_{FR}	0,5125	0,5125	0,5125	0,5125	0,5125
$\mu(\text{resol})$	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006
μ_{cal}	0,5419	0,7357	0,8706	1,0180	1,8312
% u	4,52	2,04	1,81	1,70	1,53

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 55-3: Incertidumbre en puntos de calibración o-Xileno en agua

Punto de calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17611	0,52786	0,7038	0,87960	1,7581
μ_{FR}	0,2653	0,2653	0,2653	0,2653	0,2653
$\mu(\text{resol})$	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006	0,0006
μ_{cal}	0,3185	0,5908	0,7521	0,9188	1,7780
% u	2,65	1,64	1,57	1,53	1,48

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 56-3: Incertidumbre en puntos de calibración Benceno en suelo

Punto de calibración					
	4,2000	9,0000	12,0000	18,0000	30,0000
μ_{pp}	0,06128	0,13123	0,1769	0,26578	0,4426
μ_{FR}	0,1142	0,1142	0,1142	0,1142	0,1142
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	0,1296	0,1739	0,2105	0,2893	0,4571
% u	3,08	1,93	1,75	1,61	1,52

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 57-3: Incertidumbre en puntos de calibración Tolueno en suelo

Punto de calibración					
	4,2000	9,0000	12,0000	18,0000	30,0000
μ_{pp}	0,06129	0,13125	0,1769	0,26578	1,7488
μ_{FR}	0,1150	0,1150	0,1150	0,1150	0,1150
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	0,1303	0,1745	0,2110	0,2896	1,7526
% u	3,10	1,94	1,76	1,61	5,84

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 58-3: Incertidumbre en puntos de calibración Etilbenceno en suelo

Punto de calibración					
	4,2000	9,0000	12,0000	18,0000	30,0000
μ_{pp}	0,06128	0,13123	0,1769	0,26617	0,4422
μ_{FR}	0,0966	0,0966	0,0966	0,0966	0,0966
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	0,1144	0,1630	0,2016	0,2832	0,4526
% u	2,72	1,81	1,68	1,57	1,51

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 59-3: Incertidumbre en puntos de calibración m, p-Xileno en suelo

Punto de calibración					
	4,2000	9,0000	12,0000	18,0000	30,0000
μ_{pp}	0,06128	0,13125	0,1769	0,26578	0,4422
μ_{FR}	0,1841	0,1841	0,1841	0,1841	0,1841
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	0,1940	0,2261	0,2553	0,3233	0,4789
% u	4,62	2,51	2,13	1,80	1,60

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 60-3: Incertidumbre en puntos de calibración o-Xileno en suelo

Punto de calibración					
	4,2000	9,0000	12,0000	18,0000	30,0000
μ_{pp}	0,06128	0,13123	0,1769	0,26578	1,7488
μ_{FR}	0,1142	0,1142	0,1142	0,1142	0,1142
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	0,1296	0,1739	0,2105	0,2893	1,7525
% u	3,08	1,93	1,75	1,61	5,84

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 61-3: Incertidumbre en puntos de calibración en BTEX emisiones a la atmósfera

Punto de Calibración					
	12,0000	36,0000	48,0000	60,0000	120,0000
μ_{pp}	0,17496	0,52991	0,6991	0,88315	1,7465
μ_{FR}	1,7465	1,7465	1,7465	1,7465	1,7465
$\mu(\text{resol})$	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
μ_{cal}	1,7552	1,8251	1,8812	1,9571	2,4699
% u	14,63	5,07	3,92	3,26	2,06

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

3.12. Estimación de la Incertidumbre

$$\mu_{BTEX} = c_{BTEX} * C \sqrt{\left(\frac{\mu CaBTEX}{BTEX}\right)^2 + \left(\frac{\mu Vdil}{Vdil}\right)^2 \left(\frac{\mu Volumen de muestra}{Volumen de muetsra}\right)^2 + \left(\frac{\mu R}{Xm}\right)^2 + \left(\frac{\mu SR}{SR}\right)^2}$$

Ec.32

Tabla 62-3: Incertidumbre en los fortificados en Benceno agua

Incertidumbre	0,0120	0,0180	0,0600
Ucal	0,6524	0,6524	1,7911
uvolumen dil	0,0013	0,0013	0,0013
uvolumen m	0,0437	0,0437	0,0437
u sesgo	0,0012	0,0017	0,0053
SR MATRIZ	0,0019	0,0016	0,0013
Ubenceno	0,0022	0,0024	0,0061
%Benceno	18,7443	13,5082	10,2472
BENCENO	0,0045	0,0049	0,0123
%BENCENO	37,49	27,02	20,49

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 63-3: Incertidumbre en los fortificados en Tolueno matriz agua

Incertidumbre	0,0120	0,0180	0,0600
Ucal	0,4670	0,8223	1,7993
uvolumen dil	0,0013	0,0013	0,0013
uvolumen m	0,0437	0,0437	0,0437
u sesgo	0,0011	0,0016	0,0053
SR MATRIZ	0,0004	0,0011	0,0010
Utolueno	0,0011	0,0019	0,0054
%Tolueno	8,8329	10,6486	8,9930
U Tolueno	0,0021	0,0038	0,0108
%U Tolueno	17,67	21,30	17,99

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 64-3: Incertidumbre en los fortificados en Etilbenceno agua

Incertidumbre	0,0120	0,0180	0,0600
Ucal	0,6547	0,6547	1,8002
uvolumen dil	0,0013	0,0013	0,0013
uvolumen m	0,0437	0,0437	0,0437
u sesgo	0,0011	0,0016	0,0053
SR MATRIZ	0,0006	0,0009	0,0012
UEtilbenceno	0,0012	0,0020	0,0051
%Etilbenceno	9,9325	11,0220	8,5135
U Etilbenceno	0,0024	0,0040	0,0102
%U Etilbenceno	19,87	22,04	17,03

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 65-3: Incertidumbre en los fortificados en m, p-Xileno agua

Incertidumbre	0,0240	0,0360	0,1200
Ucal	0,7357	0,7357	1,8312
uvolumen dil	0,0013	0,0013	0,0013
uvolumen m	0,0437	0,0437	0,0437
u sesgo	0,0011	0,0017	0,0013
SR MATRIZ	0,0012	0,0018	0,0083
Um, p Xileno	0,0017	0,0027	0,0086
%m, p Xileno	6,9213	7,5606	7,1968
U m, p Xileno	0,0033	0,0054	0,0173
%U m, p Xileno	13,84	15,12	14,39

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 66-3: Incertidumbre en los fortificados en o-Xileno agua

Incertidumbre	0,0120	0,0180	0,0600
Ucal	0,5908	0,5908	1,7780
uvolumen dil	0,0013	0,0013	0,0013
uvolumen m	0,0437	0,0437	0,0437
u sesgo	0,0011	0,0017	0,0054
SR MATRIZ	0,0008	0,0010	0,0013
Uo-Xileno	0,0013	0,0020	0,0053
%o-Xileno	10,9353	11,2245	8,8352
U o-Xileno	0,0026	0,0040	0,0106
%U o-Xileno	21,87	22,45	17,67

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 67-3: Incertidumbre en los fortificados en Benceno suelo

Incertidumbre	0,0290	0,0630	0,2080
Ucal	0,1296	0,1296	0,1296
uvolumen dil	0,0010	0,0010	0,0010
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	0,0028	0,0004	0,0078
SR MATRIZ	0,0027	0,0011	0,0254
Ubenceno	0,0041	0,0014	0,0266
%Benceno	14,1348	2,1839	12,7699
BENCENO	0,0082	0,0028	0,0531
%BENCENO	28,27	4,37	25,54

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 68-3: Incertidumbre en los fortificados en Tolueno suelo

Incertidumbre	0,0290	0,0630	0,2080
Ucal	0,1303	0,1303	0,1303
uvolumen dil	0,0010	0,0010	0,0010
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	0,0028	0,0010	0,0032
SR MATRIZ	0,0033	0,0032	0,0102
UTolueno	0,0043	0,0034	0,0108
%Utolueno	14,6610	5,4023	5,2036
UTolueno	0,0085	0,0068	0,0216
%UTolueno	29,32	10,80	10,41

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 69-3: Incertidumbre en los fortificados en Etilbenceno suelo

Incertidumbre	0,0290	0,0630	0,2080
Ucal	0,1144	0,1630	0,4526
uvolumen dil	0,0217	0,0217	0,0217
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	0,0026	0,0058	0,0019
SR MATRIZ	0,0021	0,0059	0,0060
Uetilbenceno	0,0038	0,0090	0,0114
%Uetilbenceno	12,9927	14,2220	5,4979
Uetilbenceno	0,0075	0,0179	0,0229
%Uetilbenceno	25,99	28,44	11,00

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 70-3: Incertidumbre en los fortificados en m, p-Xileno suelo

Incertidumbre	0,0580	0,1260	0,4160
Ucal	0,1940	0,2261	0,1940
uvolumen dil	0,0010	0,0010	0,0010
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	0,0038	0,0083	0,0048
SR MATRIZ	0,0042	0,0122	0,0151
Um, p Xileno	0,0064	0,0152	0,0161
%Um, p Xileno	11,0204	12,1025	3,8641
Um, p Xileno	0,0128	0,0305	0,0321
%Um, p Xileno	22,04	24,21	7,73

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 71-3: Incertidumbre en los fortificados en o-Xileno en suelo

Incertidumbre	0,0290	0,0630	0,2080
Ucal	0,1296	0,1739	1,7525
uvolumen dil	0,0010	0,0010	0,0010
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	0,0026	0,0022	0,0034
SR MATRIZ	0,0019	0,0069	0,0106
Uo Xileno	0,0032	0,0074	0,0323
%Uo Xileno	11,0326	11,7024	15,5327
UoXileno	0,0064	0,0147	0,0646
%UoXileno	22,07	23,40	31,07

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

Tabla 72-3: Incertidumbre en los fortificados en BTEX emisiones a la atmósfera

Incertidumbre	60,0000	240,0000	600,0000
Ucal	1,7552	1,8816	2,4715
uvolumen dil	0,0037	0,0037	0,0037
Up	0,0012	0,0012	0,0012
u sesgo	1,3667	5,9593	5,4321
SR MATRIZ	3,3227	14,5195	17,2472
UBTEX	9,5000	18,6060	22,0878
%UBTEX	15,8333	7,7525	3,6813
UBTEX	19,0000	37,2121	44,1757
%BTEX	31,67	15,51	7,36

Realizado por: Villota Torres, Jennifer, 2021.

De acuerdo a los parámetros establecidos por el SAE, incluyendo las normas internas del laboratorio LABSU, cuando se realice la validación, el porcentaje de incertidumbre expandida del método ocupará el nivel mínimo del fortificado, y los siguientes puntos de validación deben

ser $\leq 40\%$, de esta manera se verifica que el método cumple con los parámetros establecidos para la validación BTEX.

CONCLUSIONES

El método analítico BTEX fue validado por GC en diferentes matrices identificando Benceno, Tolueno, Etilbenceno y los isómeros del Xileno en las matrices de Aguas, Suelos y BTEX por sumatoria para la matriz de Emisiones a la atmósfera, basado en el *METHOD 5030C PURGE-AND-TRAP FOR AQUEOUS SAMPL*, *METHOS 5035A CLOSED-SYSTEM PURGE-AND-TRAP AND EXTRACTION FOR VOLATILE ORGANICS IN SOIL AND WASTE SAMPLES* y el método *SRI Instruments 8610C Gas Chromatography Systems*, realizando modificaciones pertinentes en la forma de extracción, ajustando las condiciones del equipo para realizar las curvas de calibración incluyendo los fortificados.

Se realizaron curvas de calibración para cada matriz, repetidas durante 3 días, para obtener un coeficiente de correlación mayor a $r \geq 0,995$ obteniendo en agua: 0,9998, 0,9996, 0,9996, 0,9996, 0,9985 para benceno, tolueno, etilbenceno, m, p, o-xileno mientras que en suelo: 0,9981, 0,9993, 0,9996, 0,9995, 0,9984 en cada componente; y BTEX emisiones a la atmósfera: 0,9996 lo que permite identificar las concentraciones en las sustancias fortificadas y calcular las concentraciones correspondientes a cada matriz.

Las verificaciones intermedias es un control de calidad interno en el laboratorio para realizar la ejecución de cada parámetro, obtenido en la matriz acuosa: benceno 13% tolueno 8%, etilbenceno 13%, m, p-xileno 13% y orto-xileno 13% en suelo: benceno 14%, tolueno 13%, etilbenceno 13%, m, p-xileno 13%, o-xileno 10%, y en emisiones a la atmósfera BTEX 11%, estos valores experimentales están por debajo del 20% dispuesto por el laboratorio

La exactitud se determinó con la variación de recuperación ± 20 % estimada por LABSU; en muestras fortificadas para cada matriz, independientemente del componente y matriz consiguiendo valores experimentales de: 80,02 a 119,90 % de recuperación, un resultado favorable y aceptado por las normas internas del laboratorio. El rango de precisión: repetibilidad y reproducibilidad en agua: benceno 16% tolueno 7%, etilbenceno 5%, m, p-Xileno 5% y o-Xileno 6% en suelo: benceno 8%, tolueno 8%, etilbenceno 8%, m, p-Xileno 8%, o-Xileno 9% y en BTEX emisiones a la atmósfera 7%, estos valores son aceptados ya que están por debajo del valor estimado que fue 20%.

Cuando se validó emisiones a la atmosfera en BTEX utilizando la resina *Amberlite XAD₂* en inyección líquida, mediante el cromatógrafo de gases SRI 8610C, se obtuvo una curva más robusta ya que el número de datos fue de 5 concentraciones diferentes, mientras que en la bolsa

tedlar solo se ocuparon 3 concentraciones ya que el material de referencia es más asequible. El rango de variación recuperación está dentro del $\pm 20\%$, el cual fue 20% evitando pérdida de concentración. Al implementar verificaciones intermedias, es decir, el control de calidad interno del laboratorio ambiental LABSU se obtuvo valores de 11% esto se realiza cada vez que sea requerido el análisis. Se obtuvo una precisión del 7% con inyección líquida y del 15% en la bolsa por lo que este método garantiza la confiabilidad de los resultados y el fácil acceso a los materiales.

La incertidumbre del método por cada fortificado en porcentaje para cada matriz se estableció agua: benceno 37%, tolueno 21%, etilbenceno 22%, m, p-xileno 15%, o-xileno 22% matriz suelo: benceno 28%, tolueno 29%, etilbenceno 28%, m, p-xileno 24%, orto-xileno 31% y BTEX 32% en emisiones a la atmósfera.

Una vez que se completa la validación del método analítico BTEX por cromatografía de gases, el procedimiento está disponible para el Laboratorio Ambiental de LABSU.

RECOMENDACIONES

Al manipular BTEX, se deben evitar los materiales plásticos, incluidos las peras de succión, ya que pueden interferir con los resultados.

Los estándares analíticos deben estar certificados para el uso correspondiente por el laboratorio LABU.

Cada curva de calibración y fortificado debe realizarse diariamente porque son compuestos orgánicos volátiles que se evaporan y reducen las concentraciones cuando se exponen al aire.

Antes de cualquier ejecución, es importante verificar que el FID, generador de hidrógeno, esté en óptimas condiciones de funcionamiento.

Ejecutar cartas de control con un 95% de confianza en los valores de pendiente e intercepción para obtener resultados fiables

GLOSARIO

Analito: Especie química en una muestra que se busca información analítica. (Campillo, 2011, p. 5)

Análisis de regresión: Método estadístico para determinar los parámetros de un modelo. (QuestionPro, 2020)

Análisis de Varianza (ANOVA): Colección de procedimientos estadísticos para el análisis de resultados experimentales. El ANOVA de un factor (el caso más sencillo) permite comparar más de dos medias poblacionales. (Lara, 2015, p. 20)

Asequible: Aquello que está al alcance o que es posible de conseguir.

Cromatografía de gases: Método de separación que utiliza una fase móvil gaseosa y una fase estacionaria líquida o sólida. (SECYTA, 2014)

Cromatograma: Gráfica donde se representa la señal de un analito proporcional a la concentración, o masa, en función del tiempo o volumen de elución. (SECYTA, 2014)

Estándar de referencia: Materiales complejos que han sido analizados extensamente.

Matriz: Medio que contiene un analito. (Campillo, 2011, p. 5)

Material de referencia: Muestras de diversos materiales en los cuales la concentración de una o más especies se conoce con alta certeza. (DEPARTAMENT DE QUÍMICA ANALÍTICA, 2020)

Pipeta volumétrica: Dispositivo que dispensa un volumen preciso de un contenedor hacia otro. (DEPARTAMENT DE QUÍMICA ANALÍTICA, 2020)

Matraz volumétrico: Contenedor para preparar volúmenes precisos de una disolución. (DEPARTAMENT DE QUÍMICA ANALÍTICA, 2020)

Sesgo: Tendencia a desviar resultados en una dirección que favorece el resultado previsto.

Validación: Proceso que se establece, mediante estudios de laboratorio, si las características de desempeño del método cumplen con los requisitos adecuados para un uso previsto. (PAHO.ORG, 2008)

BIBLIOGRAFÍA

ATSDR. "Resúmenes de Salud Pública - Etilbenceno (Ethylbenzene)". Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades [en línea]. 2016 [Consulta: 19 junio 2021]. Disponible en: https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs110.pdf

ATSDR. "Resúmenes de Salud Pública - Xileno (Xylene)". Agencia para Sustancias Tóxicas y el Registro de Enfermedades [en línea]. 2007 [Consulta: 19 junio 2021]. Disponible en: https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs71.html

ALFARO, A. Microextracción en fase sólida y cromatografía de gases (GC-FID) para la determinación de benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos en muestras de agua del Golfo de Fonseca [en línea] (Trabajo de Titulación) Universidad del Salvador, Facultad de Ciencias Naturales y Matemática, Escuela de Química. San Salvador. 2008. pp.17-21. [Consulta: 10 julio 2021]. Disponible en: <http://ri.ues.edu.sv/id/eprint/8762/1/19200746.pdf>.

ALTAMIRANO, C. Determinación de benceno, tolueno, etilbenceno y xilenos (BTEX) en aire ambiente del Distrito Metropolitano de Quito mediante cromatografía de gases con detector de ionización de llama [en línea] (Trabajo de Titulación) Pontificia Universidad Católica del Ecuador, Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, Escuela de Ciencias Químicas. Quito, 2017. p. 14. [Consulta: 7 junio 2021]. Disponible en: <http://repositorio.puce.edu.ec/handle/22000/13799>

BALSECA, A. Determinación de parámetros de validación para valoración de vitamina c en jugos cítricos mediante HPLC para la Facultad de Ciencias-ESPOCH." [en línea] (Trabajo de Titulación) Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ciencias Químicas, Riobamba- Ecuador, 2019. pp.6-7. [Consulta: 7 junio 2021]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/bitstream/123456789/13252/1/156T0004.pdf>

CAMPILLO, N. Introducción al análisis químico [en línea], 2011, p. 5 [Consulta: 6 agosto 2021]. Disponible en: <https://www.um.es/documents/4874468/11830096/tema-1.pdf/1c49a077-8b02-405d-9100-ee5f7f1b1b7b>

CR. GA01. *Acreditación para laboratorios que realizan muestreo según INEN-ISO/EC 17025:2018* [en línea], 2021, [Consulta: 6 julio 2021]. Disponible en: <https://www.acreditacion.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2021/10/CR-GA01-R07->

Criterios-Generales-Acreditacion-de-laboratorios-de-ensayo-y-calibracion-segun-NTE-INEN-ISO-IEC-17025-2018.pdf

DEPARTAMENT DE QUÍMICA ANALÍTICA. "Material de uso frecuente en el laboratorio." Guías Multimedia del GAMM [en línea], 2014 [Consulta: 11 julio 2021]. Disponible en: <https://www.uv.es/gammm/Subsitio%20Operaciones/3%20material%20de%20uso%20frecuente%20COMPLETO.htm>

HARRIS, D. *Análisis químico cuantitativo* [en línea]. 3ª ed, Barcelona-España: Reverté S.A, 2007. [Consulta: 4 septiembre 2021]. Disponible en: https://books.google.com.ec/books?id=H-_8vZYdL70C&printsec=frontcover&source=gbs_ge_summary_r&cad=0#v=onepage&q&f=false

LARA, A. Diseño estadístico de experimentos [en línea]. Universidad de Granada, España, 2015, p. 20 [Consulta: 23 agosto 2021]. Disponible en: <http://wpd.ugr.es/~bioestad/wp-content/uploads/Contenidos1.pdf>

MAGNUSSON, B., & ÖRNEMARK, U. *La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos* [en línea]. 2ª ed, España: Eurachem Guide, 2016 [Consulta: 7 julio 2021]. Disponible en: https://www.eurachem.org/images/stories/Guides/pdf/MV_guide_2nd_ed_ES.pdf

MILLER, J. C. & MILLER, J. N. *Estadística para química analítica*. 2ªed. Inglaterra: Addison Wesley, 2012. p.82

MINISTERIO DEL AMBIENTE. *Acuerdo Ministerial 97: Reforma Texto Unificado Legislación Secundaria, Medio Ambiente, Libro Vi, Decreto Ejecutivo 3516, Registro Oficial Suplemento 2, 31/03/2003* [en línea]. Ecuador: 2015, pp.18-34 [Consulta: 25 julio 2021] Disponible en: <https://www.ambiente.gob.ec/wp-content/uploads/downloads/2018/05/Acuerdo-097.pdf>

NTE INEN 1 108:2014. *Agua potable.Requisitos*

NTE INEN ISO/IEC 17025:2018. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.*

PAHO.ORG. "Validación de métodos analíticos." Buenas Prácticas para Laboratorios Nacionales de Control Farmacéutico Anexo 3 informe 36, 2002 [en línea], 2008 [Consulta: 16

agosto 2021]. Disponible en:
https://www.paho.org/hq/dmdocuments/2008/13_Modulo_VALIDACION_de_Metodos_Fisicos.pdf

PEREZ, D. Estudio de la Validación y Aplicación de Metodología Analítica para la Determinación de BTEX en aguas por Cromatografía de Gases en el Laboratorio de Desechos Tóxicos de la Universidad Simón Bolívar [en línea] (Trabajo de Titulación) Universidad Central de Venezuela, Facultad de Farmacia. Caracas, 2015. pp.1-2. [Consulta: 22 junio 2021]. Disponible en: <http://saber.ucv.ve/bitstream/10872/10374/1/tesis%20entregada.pdf>

QUESTIONPRO. "Análisis de regresión: Qué es, tipos y cómo realizarlo." QuestionPro [en línea], 2022 [Consulta: 19 junio 2022]. Disponible en: <https://www.questionpro.com/blog/es/analisis-de-regresion/#:~:text=El%20an%C3%A1lisis%20de%20regresi%C3%B3n%20es%20un%20m%C3%A9todo%20estad%C3%ADstico%20que%20permite,%3A%20%20BFQu%C3%A9%20factores%20importan%20m%C3%A1s%3F>

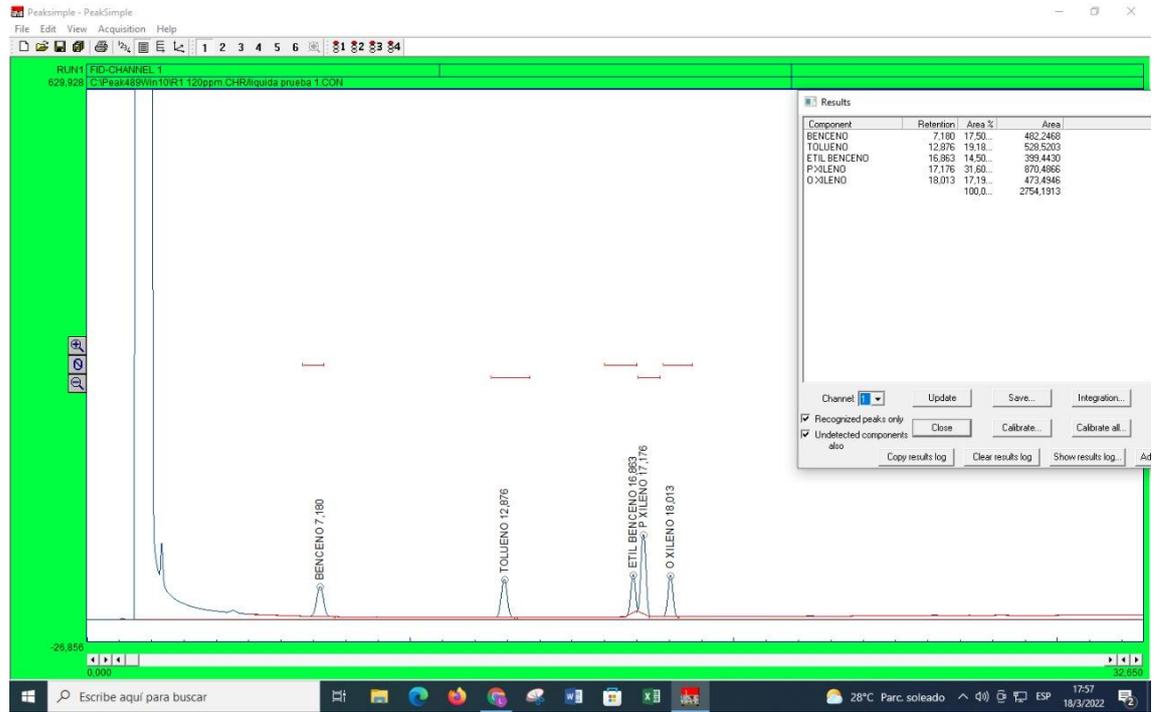
SECYTA. "Definiciones básicas." Sociedad Española de Cromatografía y Técnicas Afines [en línea], 2014 [Consulta: 4 septiembre 2022]. Disponible en: <https://www.secyta.es/es/node/10#:~:text=La%20cromatograf%C3%ADa%20es%20un%20m%C3%A9todo,mueve%20en%20una%20direcci%C3%B3n%20determinada.>

SKOOG, D. et al., *Fundamentos de Química Analítica.* [en línea] 9ª,ed. México: D.F: Cengage Learning, 2015, pp. 887 - 990. [Consulta: 26 agosto 2021]. Disponible en: http://ubicua.cua.uam.mx/pluginfile.php/83420/mod_resource/content/1/Fundamentos%20de%20Qu%C3%ADmica%20Anal%C3%ADtica.pdf

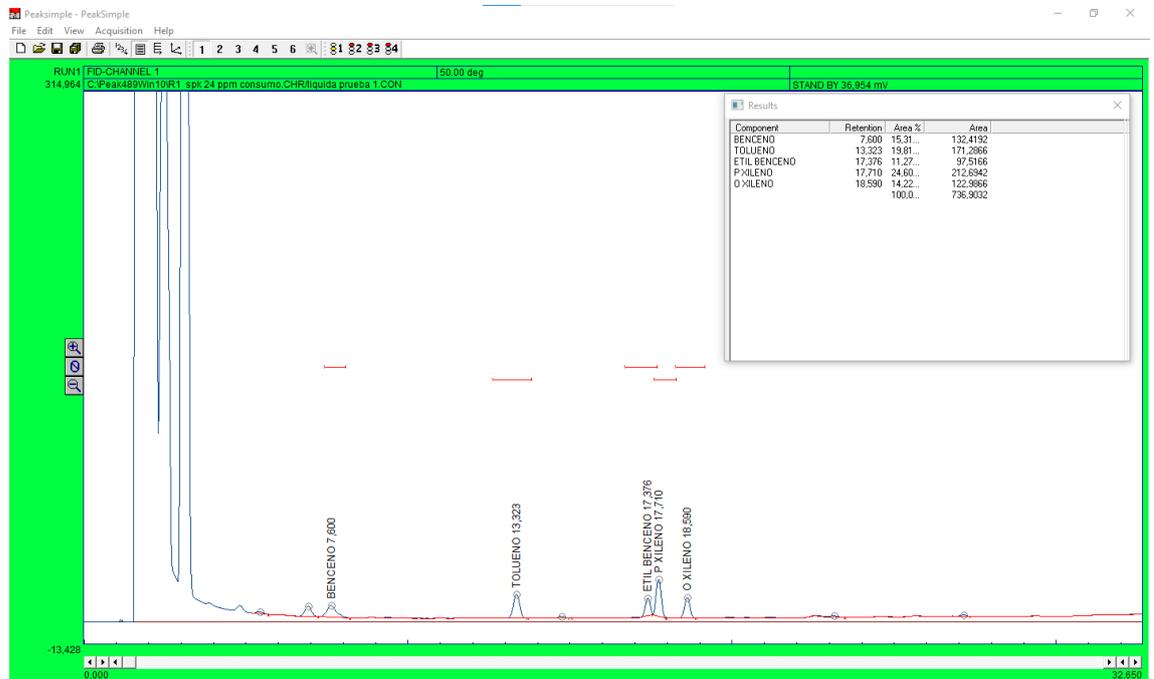
SUPELCO. *Amberlite XAD-2 Polymeric Adsorbent.* [blog]. 1997 [Consulta: 19 junio 2021]. Disponible en: <https://www.yumpu.com/en/document/read/10436536/amberlite-xad-2-polymeric-adsorbent-sigma-aldrich>

ANEXOS

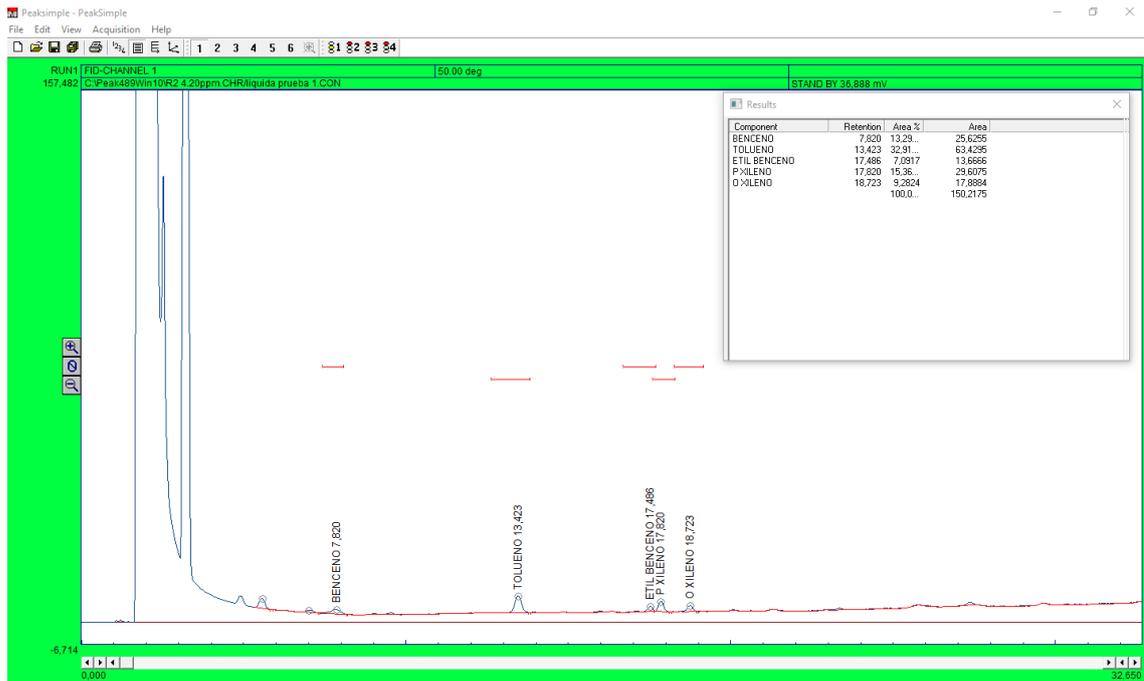
ANEXO A: CROMATOGRAMAS



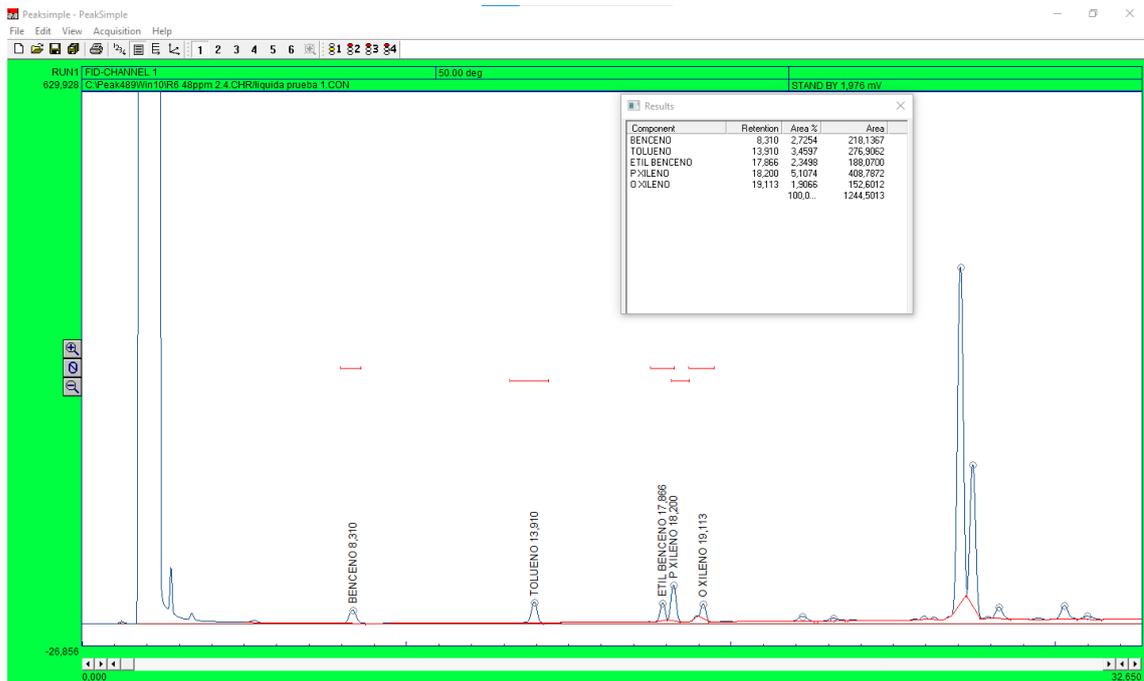
CROMATOGRAMA MATRIZ AGUA



FORTIFICADO AGUA



FORTIFICADO SUELO



FORTIFICADO EMISIONES A LA ATMOSFERA

ANEXO B: CERTIFICADOS DE CALIBRACIÓN

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-029-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		  <p>ilac-MRA ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 426031</p>			
IDENTIFICACION DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVAGA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	A				
MARCA:	FISHERBRAND	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	0,5 ml				
CÓDIGO ¹² :	MV-11	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 22SD-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,0 °C	±0,2 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,0 %HR	±1,2 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,197 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ¹⁰	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
0,5	0,50159	-0,00159	0,00034	2,02	21,1	0,005	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

PIPETA 0.5 mL

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-028-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		  <p>ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 4280/01</p>			
						IDENTIFICACION DEL CLIENTE	
NOMBRE:		VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU					
DIRECCION:		AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO					
TELÉFONO:		62881105					
PERSONA(S) DE CONTACTO:		ANDRES SOLIS					
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	AS				
MARCA:	BOECO	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	1 ml				
CÓDIGO ⁽¹⁾ :	MV-12	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,6 °C	±0,3 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,9 %HR	±0,7 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,194 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
1	0,99766	0,00234	0,00063	2,01	21,1	0,008	Cumple

Temperatura de Referencia: 20 °C

Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.

PIPETA 1 ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-026-21



IDENTIFICACION DEL CLIENTE

OMBRE: VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU
 DIRECCIÓN: AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO
 TELÉFONO: 62881105
 PERSONA(S) DE CONTACTO: ANDRES SOLIS

IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN

EM: PIPETA AFORADA CLASE: AS
 ARCA: BRAND UNIDAD DE MEDIDA: ml
 MODELO: NO ESPECIFICA RESOLUCIÓN: NO APLICA
 SERIE: NO ESPECIFICA INTERVALO DE MEDIDA: 2 ml
 CÓDIGO: MV-13-06 UBICACIÓN: NO ESPECIFICA

EQUIPAMIENTO UTILIZADO

CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	STS215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20

DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA

Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrompida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).

CALIBRACIÓN

MÉTODO: GRAVIMÉTRICO
 DOCUMENTO DE REFERENCIA: ISO 4787:2010
 PROCEDIMIENTO: PEC.EL.25
 LUGAR DE CALIBRACIÓN: LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)
 TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA: 21,3 °C ±0,1 °C
 HUMEDAD RELATIVA MEDIA: 48,4 %RH ±1,0 %RH
 PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA: 1010 hPa ±0 hPa
 DENSIDAD MEDIA DEL AIRE: 1,195 kg/m³ ±0,002 kg/m³

RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN

Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
2	1,9950	0,0050	0,0010	2,01	21,1	0,01	Cumple

Temperatura de Referencia: 20 °C

Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.

PIPETA 2ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-027-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		 			
IDENTIFICACION DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	AS				
MARCA:	BRAND	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	3 ml				
CÓDIGO [#] :	MV-63-4	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21.5 °C	±0.1 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	47.3 %HR	±1.1 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1.194 kg/m ³	±0.002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
3	2.9960	0.0040	0.0010	2.01	21.1	0.01	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C					Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.		

PIPETA 3ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-025-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		  <p>ilac-MRA ACCREDITED Calibration Laboratory Certi. No. 4286-01</p>			
IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ÍTEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	A				
MARCA:	FISHERBRAND	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	4 ml				
CÓDIGO ¹⁾ :	MV-64-10	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-18	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,9 °C	±0,2 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	47,4 %HR	±1,7 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,193 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
4	3,99684	0,00316	0,00097	2,00	21,1	0,015	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

PIPETA 4ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-019-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>				 <p>ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 4280/01</p>	
IDENTIFICACION DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCION:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	AS				
MARCA:	BRAND	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	5 ml				
CÓDIGO ⁰¹ :	MV-14	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,3 °C	±0,2 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,2 %HR	±0,7 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,195 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
5	4,9900	0,0100	0,0010	2,01	20,1	0,015	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

PIPETA 5ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-016-21

		 <p>Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>				 <p>Calibration Laboratory Cert. No. 4290/01</p>	
IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE							
NOMBRE:		VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU					
DIRECCIÓN:		AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO					
TELÉFONO:		62881105					
PERSONA(S) DE CONTACTO:		ANDRES SOLIS					
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	PIPETA AFORADA	CLASE:	AS				
MARCA:	SCHOTT	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	10 ml				
CÓDIGO ¹⁾ :	MV-15-6	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787-2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,4 °C	±0,3 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,9 %HR	±1,2 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1010 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,195 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
10	10,0173	-0,0173	0,0012	2,00	20,1	0,02	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

PIPETA 10ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-2747-002-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		  <p>ilac-MRA AIA ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 4299/01</p>			
IDENTIFICACION DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	MATRAZ AFORADO	CLASE:	A				
MARCA:	LMS	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	10 ml				
CÓDIGO ⁽¹⁾ :	MV-02-5	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.063	BALANZA ANALÍTICA	SARTORIUS	CPA 2250	28811977	2022-06-05	CO-2371-022-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CO-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CO-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	04776450	2021-07-03	CO-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	22,1 °C	±0,3 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	43,6 %HR	±2,0 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1012 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,194 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
10	10,0080	-0,0080	0,0022	2,32	21,9	0,025	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

MATRAZ 10ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-006-21

		 <p>SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>		  <p>ilac-MRA ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 0290 01</p>			
IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ÍTEM:	MATRAZ AFORADO	CLASE:	A				
MARCA:	BRAND	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	50 ml				
CÓDIGO ¹⁾ :	MV-04-07	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0802-021-21	
EL.PT.036	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1061	150322677	2021-09-04	CC-2045-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGOSCREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,4 °C	±0,2 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,7 %HR	±0,6 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1011 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,196 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ²⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
50	49,9585	0,0415	0,0056	2,00	20,2	0,06	Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

MATRAZ 50ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-1807-005-21

		 SERVICIO DE ACREDITACIÓN ECUATORIANO Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN				 ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 5200 01	
IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TÉLEFONO:	52881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ITEM:	MATRAZ AFORADO	CLASE:	A				
MARCA:	FORTUNA	UNIDAD DE MEDIDA:	ml				
MODELO:	NO ESPECIFICA	RESOLUCIÓN:	NO APLICA				
SERIE:	NO ESPECIFICA	INTERVALO DE MEDIDA:	100 ml				
CÓDIGO ⁽¹⁾ :	MV-05-87	UBICACIÓN:	NO ESPECIFICA				
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.ET.121	BALANZA ANALITICA	SARTORIUS	SECURA 225D-1S	34004249	2022-02-24	CC-0602-021-21	
EL.PT.035	TERMOMETRO DIGITAL	ATM	ST9215	NO ESPECIFICA	2021-07-06	CC-1935-001-20	
EL.PT.466	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	1081	150322677	2021-09-04	CC-2945-019-20	
EL.PT.771	TERMOHIGROMETRO	JUMO	LOGO/GREEN 600	4776450	2021-07-03	CC-1935-002-20	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	GRAVIMÉTRICO						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	ISO 4787:2010						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.25						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LABORATORIO DE MASA Y VOLUMEN (ELICROM)						
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	21,0 °C	±0,1 °C					
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	48,1 %HR	±0,6 %HR					
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	1011 hPa	±0 hPa					
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,197 kg/m ³	±0,002 kg/m ³					
RESULTADOS DE LA CALIBRACIÓN							
Nominal	Resultado	Error de Medición	Incertidumbre (U)	Factor de Cobertura (k)	Temperatura ⁽¹⁾	emp	Cumplimiento
ml	ml	ml	ml		°C	ml	
100	100,0980	-0,0980	0,0080	2,00	20,1	0,1	No Cumple
Temperatura de Referencia: 20 °C				Nota: Se ha realizado 10 mediciones por cada punto de calibración.			

MATRAZ 100 ml

CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN No: CC-4787-001-21

		 <p>Acreditación N° SAE LC 10-009 LABORATORIO DE CALIBRACIÓN</p>				 <p>ACCREDITED Calibration Laboratory Cert. No. 4280/01</p>	
IDENTIFICACIÓN DEL CLIENTE							
NOMBRE:	VICARIATO APOSTOLICO DE AGUARICO LABORATORIO LABSU						
DIRECCIÓN:	AV ALEJANDRO LAVACA Y FRAY PASTOR DE VILLARQUEMADO						
TELÉFONO:	62881105						
PERSONA(S) DE CONTACTO:	ANDRES SOLIS						
IDENTIFICACIÓN DEL ÍTEM DE CALIBRACIÓN							
ÍTEM:	BALANZA DE PRECISION	UNIDAD DE MEDIDA:	Gramos (g)				
MARCA:	OHAUS	DIVISIÓN DE ESCALA REAL (d):	0,1				
MODELO:	SPX2201	DIVISIÓN DE ESCALA DE VERIFICACIÓN (e):	0,1				
SERIE:	B908272779	CAPACIDAD MÁXIMA (Máx):	2200				
CÓDIGO ¹ :	E1 / 215	CAPACIDAD MÍNIMA (Mín):	5				
CLASE:	(II) ALTA	COEFICIENTE DE TEMPERATURA (K _T):	0,000010 / °C				
UBICACIÓN ² :	LAB DE MICROBIOLOGIA						
EQUIPAMIENTO UTILIZADO							
CÓDIGO	NOMBRE	MARCA	MODELO	SERIE	VENCE CAL.	N° CERTIFICADO	
EL.PT.482	JUEGO DE PESAS 100 mg - 2 kg	HAFNER	CLASE F1	9701015	2022-01-07	CC-0007-022-21	
EL.PT.674	BAROMETRO DIGITAL	CONTROL COMPANY	8530	170391364	2022-07-02	CC-2920-003-21	
EL.PT.1091	TERMOHIGROMETRO	ELC	TH-0510	NO ESPECIFICA	2021-10-26	CC-1497-008-21	
DECLARACIÓN DE TRAZABILIDAD METROLÓGICA							
Los resultados de calibración contenidos en este certificado son trazables al Sistema Internacional de Unidades (SI) por medio de una cadena ininterrumpida de calibraciones a través del PTB (Physikalisch-Technische Bundesanstalt - Alemania) o de otros Institutos Nacionales de Metrología (INMs).							
CALIBRACIÓN							
MÉTODO:	COMPARACIÓN DIRECTA CON MASAS PATRÓN CERTIFICADAS						
DOCUMENTO DE REFERENCIA:	EURAMET CALIBRATION GUIDE No. 18 - VERSION 4.0 (11/2015)						
PROCEDIMIENTO:	PEC.EL.01						
LUGAR DE CALIBRACIÓN:	LAB DE MICROBIOLOGIA				¿Se realiza ajuste externo?	Sí	
TEMPERATURA AMBIENTAL MEDIA:	22,8 °C	±0,6 °C			Punto de ajuste:	2000,0 g	
HUMEDAD RELATIVA MEDIA:	45,0 %HR	±0,3 %HR			Lectura antes del ajuste:	2004,6 g	
PRESIÓN ATMOSFÉRICA MEDIA:	981 hPa	±0 hPa			Lectura después del ajuste:	2000,0 g	
DENSIDAD MEDIA DEL AIRE:	1,155 kg/m ³	±0,003 kg/m ³					

CERTIFICADO BALANZA ANALÍTICA

**ANEXO D: PROCEDIMIENTO REALIZADO PARA EL LABORATORIO AMBIENTAL
LABSU**

 <p>LABSU LABORATORIO AMBIENTAL Suelos, Aguas, Alimentos, Emisiones, Ruido</p>	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 3 de 23

INDICE

1. OBJETO
2. ALCANCE
 - 2.1 Interferencias
3. REFERENCIAS
 - 3.1. Documentos utilizados en la elaboración
 - 3.2. Documentos a utilizar conjuntamente
4. GENERAL
 - 4.1. Definiciones
 - 4.2. Resumen del Método
 - 4.3. Toma de muestras, conservación y almacenamiento
5. DESCRIPCION
 - 5.1. Equipamiento
 - 5.2. Preparación
 - 5.3. Realización
 - 5.4. Condiciones de funcionamiento
 - 5.5. Medición de las muestras
 - 5.6. Tratamiento de resultados
 - 5.6.1 Cálculo de Incertidumbre
 - 5.7. Medidas de Seguridad
 - 5.8. Control de Calidad
 - 5.8.1 Criterios de aceptación y rechazo
6. ANEXOS

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 4 de 23

1. OBJETO

El siguiente procedimiento tiene por objeto definir la sistemática utilizada por LABSU para la determinación de BTEX por cromatografía de gases.

2. ALCANCE

Este procedimiento es aplicable para la determinación de BTEX (Benceno, Tolueno, Etilbenceno, Meta, Para, Orto- Xileno) por inyección líquida utilizando el cromatógrafo de gases SRI 8610C en muestras de agua, suelo y emisiones a la atmósfera.

Agua:

El rango de trabajo para Benceno, Tolueno, Etilbenceno, o-Xileno: 0,012 a 0,060 mg/L y 0,0240 – 0,1200 en m,p-Xileno mg/L.

Suelo:

El rango de trabajo para Benceno, Tolueno, Etilbenceno, o Xileno: 0,0290 -0,2080 mg/kg y 0,0580 – 0, mg/kg en m,p-Xileno.

Emisiones a la atmósfera:

El rango de trabajo comprende de 60,0000 – 600,0000 mg/Kg de BTEX en Emisiones a la atmósfera

2.1 Interferencias

- Este método no determina los compuestos con una humedad muy baja, presión o condiciones del instrumento inadecuadas.
- Contaminación cruzada de la muestra, que ocurre cuando se analizan muestras de nivel alto y nivel bajo o estándares alternadamente, se recomienda purgar por completo de la GC entre muestras.
- Interferencias de la resolución que pueden ocurrir y pueden ser eliminadas por la columna de GC apropiada o cambiando los tiempos de la retención a través de cambios en la columna la proporción y el uso de programación de temperatura.
- El sistema analítico debe ser esencialmente libre de contaminantes, esto se logra analizando espacios en blanco que consisten en aire, o nitrógeno.
- Para asegurar la respuesta del analizador sea consistente, los gases de la calibración deberán contener aire seco. Para ajustar las concentraciones orgánicas gaseosas cuando el vapor está presente en la muestra, las concentraciones de vapor de agua son determinadas para esas muestras, y un factor de la corrección es aplicado.
- El tiempo de corrida del cromatógrafo de gas debe ser suficiente para aclarar todas las crestas antes de proceder a la próxima carrera (para prevenir el saldo de la muestra).
- Es importante no utilizar materiales de plástico ya que estos contienen BTEX y pueden alterar las condiciones de trabajo.

3. REFERENCIAS

3.1. Documentos utilizados en la elaboración

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 5 de 23

- Registro Oficial N° 430, acuerdo No 091.
- NORMA NTE-INEN ISO/IEC 17025:2018: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración.
- EPA METODO 5030C PURGE-AND-TRAP FOR AQUEOUS SAMPL, METHOS 5035A CLOSED-SYSTEM PURGE-AND-TRAP AND EXTRACTION FOR VOLATILE ORGANICS IN SOIL AND WASTE SAMPLES,
- Norma INEN 1108:2020, sexta revisión. Calidad de agua potable para consumo humano.

3.2. Documentos a utilizar conjuntamente

- Manual del SRI
- PG-LABSU-01. Control de documentos y registros.
- PEE20601 Análisis de BTEX en Resina Amberlite XAD₂, Hoja de cálculo.
- PEE20602 Carta de control de BTEX en Resina Amberlite XAD₂.

4. GENERAL

4.1. Definiciones

BTEX: Benceno, Tolueno, Etilbenceno y los isómeros del Xileno (*m*-Xileno, *o*-Xileno, *p*-Xileno).

Son compuestos orgánicos volátiles (COV's) que se caracterizan por poseer propiedades asociadas con el núcleo del benceno, dichos compuestos poseen seis grupos de carbono-hidrogeno enlazados cada uno a los vértices del benceno formando un hexágono.

COV'S: Compuestos Orgánicos Volátiles.

Los Compuestos orgánicos volátiles suelen ser subproductos del proceso y combustión de petróleo. Muchos de estos compuestos poseen un carácter altamente carcinógeno en niveles relativamente bajos.

Este método es aplicable para determinar algunos compuestos orgánicos volátiles en aire.

El análisis conlleva la determinación de los siguientes COV'S, reportándose como valor total de ellos o bien como el valor individual de los compuestos seleccionados: Benceno, Tolueno, Etilbenceno, orto-meta-para Xileno.

AGUA DE CONSUMO: agua utilizada para beber, preparar y cocinar alimentos u otros usos domésticos, independiente del origen y suministro, con características físicas, químicas y microbiológicas que garanticen su inocuidad y aceptabilidad para el consumo humano.

AGUA RESIDUAL: es el agua de composición variada proviene de uso doméstico, industrial, comercial, agrícola, pecuario o de otra índole, sea público o privado de que por tal motivo hay sufrido degradación en su calidad original.

AGUA NATURAL: sus propiedades originales no han sido modificadas por la actividad humana.

SUELO: Capa superficial de la corteza terrestre, situada por sobre el sustrato rocoso, integrada por partículas minerales, materia orgánica, agua, aire y organismos vivos, que cumple tanto funciones naturales como de uso.

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 6 de 23

EMISIONES A LA ATMOSFERA: Se entiende por la descarga de sustancias gaseosas puras o con sustancias en suspensión en la atmósfera. Para el propósito de esta norma, la emisión se refiere a las concentraciones de descarga de sustancias provenientes de actividades humanas.

RESINA AMBERLITE XAD₂: Es un copolímero de poliestireno reticulado hidrófobo, que se suministra como perlas insolubles blancas de tamaño 20-60 meso. La resina se usa ampliamente para adsorber compuestos orgánicos solubles de corrientes acuosas y disolventes orgánicos, generalmente en operaciones cíclicas en columna.

4.2. Resumen del Método

Las muestras de agua, suelos y emisiones a la atmósfera de los compuestos orgánicos son transformadas en fase líquida, estas son separadas por cromatografía gaseosa (GC) e individualmente cuantificados por la ionización de llama, fotoionización, o captura del electrón, u otros principios de análisis apropiados. La retención medida de cada componente separado se compara con aquéllos de compuestos conocidos bajo las condiciones idénticas. Por consiguiente, el analista confirma la identidad y las concentraciones aproximadas de los componentes de orgánicos. Con esta información, el analista prepara o compara los estándares de las mezclas disponibles comercialmente para calibrar el GC bajo las condiciones idénticas a las muestras. El analista también determina la necesidad de la filtración correspondiente a cada una de las matrices para separar la partícula importante y evitar la saturación de lo que se está analizando, por dilución de la muestra, y prevenir la condensación de la humedad.

4.3 Toma de muestras, conservación y almacenamiento

4.3.1 Toma de muestras, conservación y almacenamiento en muestras de Agua.

- Una muestra homogénea de un volumen de 500 a 1000 mL, debería ser recogida en una botella de vidrio ámbar de un litro ajustado con un tapón de rosca revestido de TFE (tetrafluoroetileno). Si la muestra no es corrosiva, se puede sustituir el TFE por una delgada lámina metálica. Si no existen botellas ámbar disponible, protéjase de la luz las muestras para reducir la posible descomposición fotolítica. Límpiase y aclárese la botella y la protección del tapón con acetona o cloruro de metileno y séquese después de usar. Congélese todas las muestras o enfriese a 4°C desde el momento de la toma hasta su extracción.
- Extraígate las muestras en los 7 días siguientes a la toma y analícase completamente antes de los 40 días de su extracción.
- Para mayor referencia respecto al muestreo y conservación, consulte el procedimiento específico PEE-LABSU-01.
- Para la recepción de las muestras en el Laboratorio, se procederá como se establece en el Anexo 1 del PG LABSU-05 Procedimiento de Prestación de Servicios.

4.3.2 Toma de muestras, conservación y almacenamiento en muestras de Suelos.

- Recoger una muestra homogénea de 1.5 kg en una funda sellante. Para mayor referencia consulte el PEE-LABSU-01. Procedimiento Específico de Muestreo.
- Para la recepción de muestras en el laboratorio, se procederá como se establece en el Anexo del PG-LABSU-05 Gestión de Solicitudes, Ofertas y Contratos.
- La muestra tiene que analizarse dentro de 24 horas sino es posible se puede conservar en refrigeración por un periodo de 10 días o antes de los 40 días de su extracción.

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 7 de 23

4.3.3 Toma de muestras, conservación y almacenamiento en muestras de Emisiones a la atmosfera. (Resina Amberlite XAD₂).

- Los BTEX en fase sólida y en fase gaseosa se extraen isocinéticamente de la fuente y se recogen en 20g de resina Amberlite XAD₂, en impingers o en componentes de tren de muestreo aguas arriba (filtro, sonda, boquilla) se debe recoger la masa o volumen objetivo de la muestra en el tiempo de muestreo estimado.
- La determinación deberá ser inmediata, caso contrario almacenar la muestra bajo refrigeración protegida de la luz. El tiempo máximo para la realización del análisis es de 14 días.
- Para el etiquetado de las muestras, transporte y manipulación remitirse al PG-LABSU-08 Manejo de Items.

4.4 Condiciones ambientales

Las condiciones óptimas para la operación del SRI INSTRUMENTS 8610C son:

Temperatura:	20 - 30 °C
Humedad relativa:	40% - 80%.

5. DESCRIPCION

5.1. Equipamiento

Equipos y Materiales:

- Cromatógrafo de gases SRI 8610C EI-203
- Software PeakSimple-PeakSimple.
- Columna Cromatografía: 60m*0,53mmID MXT-1 0,5 (Crossbond dimethyl polysiloxane).
- Detectores: FID Utilícese el detector de llama ionización.
- Balanza analítica, EI/209
- Generador de Hidrogeno PEAK SCIENTIFIC
- Inyección HEWLETT PACKARD 10 ul
- Equipo de Rotavapor, EI/87.
- Equipo de Filtración de agua Ultra Pura, EI/86.
- Sistema de filtración
- Probeta 50 mL.
- Matraces aforados de 10, 25, 100 mL.
- Balones esmerilados 24/40
- Filtro de membrana de Nylon 47 mm Ø - 0,45 um
- Viales ámbar 1,5 mL.
- Papel filtro grado cuantitativo sin cenizas 125 mm
- Estufa, EI/21.
- Membrana de filtración 17mm - 0,45um.

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 8 de 23

Reactivos:

- Metanol 99.9%
- Estándares de calibrado: MIX (BTEX: Benceno, Tolueno, Etilbenceno, m-p-o-Xileno).
- Diclorometano, calidad HPLC.
- Sulfato de sodio anhidro Na₂SO₄, granular: calentamiento a 130°C durante 24 horas.
- XAD-2 resina, Opcional: Supelco, Supelco Park, Bellefonte, PA.
- Agua destilada grado HPLC.
- Estándares de calibración: Concentraciones de 12- 36-48-60-120 ppm (matriz aguas).
- Estándares de calibración: Concentraciones de 4.2- 9-12-18-36 ppm (matriz suelos).
- Estándares de calibración: Concentraciones de 12- 36- 48-60-120 ppm (matriz resinas).

5.2. Preparación

Acondicionamiento de la muestra

Previo al análisis las muestras y los estándares se acondicionarán a temperatura ambiente, homogenizar la muestra para obtener alicuotas representativas.

Identificación del objeto de ensayo

La identificación, manipulación, conservación y almacenamiento se lo realizará conforme se establece en el PG-LABSU-08. Manejo de Objetos de Ensayo.

Curva de calibración

Para la curva de calibración del equipo se utiliza los siguientes patrones:



Estándar	Concentración de BTEX	Preparación	Certificado
Metanol (Blanco)	Impurezas	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	PHARMCO-AAPER THE POWER OF THREE
BTEX 1	12 ppm	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	Dr. Ehrenstorfer
BTEX 2	36 ppm	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	Dr. Ehrenstorfer
BTEX 3	48 ppm	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	Dr. Ehrenstorfer
BTEX 4	60 ppm	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	Dr. Ehrenstorfer
BTEX 5	120 ppm	$\frac{mg}{L} = A + F + D$	Dr. Ehrenstorfer

Donde:

A= concentración de la muestra con respecto a la curva de calibración.

F= Factor (Volumen de la muestra en condiciones de análisis)

D = Factor de dilución.

Nota:

Se realiza una calibración cuando no cumple con la verificación, mediante estándares externos, con varios niveles de concentración, se verifica los tiempos de retención y áreas.

La preparación de Estándares se realizará a partir de una solución de 50 mg/L en las matrices: Agua, Suelos y Emisiones a la Atmosfera.



Matriz Agua

Estándar	Volumen Estándar	Cantidad	Concentración
Std 1	2,5	25 mL	12,00 mg/L
Std 2	3,0	10 mL	36,00 mg/L
Std 3	10,0	25 mL	48,00 mg/L
Std 4	5,0	10 mL	60,00mg/L
Std 5	100,0	100 mL	120,00 mg/L
Std 6 (VI)	2,0	10 mL	24,00 mg/L
Std 7(VI)	7,5	10 mL	90,00 mg/L

Matriz Suelo

Estándar	Volumen Estándar	Cantidad	Concentración
Std 1	3,50	100 mL	4,20 mg/L
Std 2	7,50	100 mL	9,00 mg/L
Std 3	1,00	10 mL	12,00 mg/L
Std 4	1,50	10 mL	18,00 mg/L
Std 5	2,50	10 mL	300,00 mg/L
Std 6 (VI)	5,00	100 mL	6,00 mg/L
Std 7(VI)	2,00	10 mL	24,00 mg/L

Matriz resina

Estándar	Volumen Estándar	Cantidad	Concentración
Std 1	2,5	25 mL	12,00 mg/L
Std 2	3,0	10 mL	36,00 mg/L
Std 3	10,0	25 mL	48,00 mg/L
Std 4	5,0	10 mL	60,00mg/L
Std 5	100,0	100 mL	120,00 mg/L
Std 6 (VI)	2,0	10 mL	24,00 mg/L
Std 7(VI)	7,5	10 mL	90,00 mg/L

NOTA: VI: Representa las verificaciones intermedias.

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 11 de 23

5.3 Realización

Matriz aguas

Preparación del Blanco:

- En un embudo de separación viértase 500 mL de agua grado HPLC y proceda como una muestra.

Preparación de muestras:

- Viértase 500 mL de muestra en un embudo de separación, empleese volúmenes de 30 mL de cloruro de metileno en dos series, agitar durante 1 minutos con una ventilación periódica para liberar el exceso de presión. Dejar reposar la muestra hasta que la capa orgánica se separe de la fase acuosa.
- Recolectar la fase orgánica previamente filtrada (papel filtro), a un balón concentrador previamente añadiendo sulfato de sodio anhidro al papel filtro.
- Llevar a sequedad en el rotavapor. (si la muestra lo necesita realizar una Limpieza).
- Anadir 1,5 mL de metanol.
- Con una pipeta Pasteur llevar el contenido del balón a un vial de 1,5 mL, tapar el vial concentrador y almacenar en un lugar refrigerado si no se van a realizar procesos inmediatos.

Matriz suelos

Preparación del Blanco:

- Agregar 12g de arcilla y 1g de Sulfato de Sodio en un tubo con tapa rosca y proceda a realizar como una muestra.

Preparación de la Muestra:

- Agregar alrededor de 12 g de arcilla y de 1 a 2 g de sulfato de sodio anhidro en un tubo con tapa rosca.
- Agregar 80ml de diclorometano, tapar utilizando papel aluminio entre la tapa y el tubo. Poner en el ultrasonido durante 1 hora.
- Transcurrido el tiempo de extracción agitar unos 30 segundos y filtrar (papel filtro sin ceniza).
- Llevar a sequedad en el rotavapor. (si la muestra lo necesita realizar una Limpieza).
- Anadir 0,5 mL de metanol.
- Con una pipeta Pasteur llevar el contenido del balón a un vial de 1,5 mL, tapar el vial concentrador y almacenar en un lugar refrigerado si no se van a realizar procesos inmediatos.

Matriz resina

Preparación del Blanco:

- Agregar 2g de resina Amberlite XAD₂ y 1g de Sulfato de Sodio en un tubo con tapa rosca y proceda a realizar como una muestra.

Preparación de la Muestra

- Mezclar la muestra de resina que debe estar alrededor de 20 g.

	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 12 de 23

- Agregar alrededor de 2 g de resina Amberlite XAD₂ y de 1 a 2 g de sulfato de sodio anhidro en un tubo con tapa rosca.
- Agregar 10ml de metanol, tapar utilizando papel aluminio entre la tapa y el tubo. Poner en el ultrasonido durante 1 hora.
- Transcurrido el tiempo de extracción agitar unos 30 segundos y filtrar (papel filtro sin ceniza).
- Transferir el contenido a un vial amber 1.5ml con ayuda de una pipeta Pasteur.

5.4 Condiciones de funcionamiento

Antes de la medición, se deberá dejar que se estabilicen a T ambiente tanto la muestra como los materiales de referencia y el blanco (metanol).

El SRI deberá ser operado según lo señala PEU-LABSU-206

- Iniciar el programa PeakSimple
- Buscar el archivo liquido prueba 1.CON en condiciones de trabajo, espere unos cinco minutos hasta que se descargue correctamente el programa y método.

5.5 Medición de las muestras

- A través del Software PeakSimple se realizará siempre la verificación del equipo midiendo la siguiente secuencia: Blanco, Material de referencia, y muestras.
- Agite la muestra contenida en los viales de 1.5ml durante 30 segundos para que se homogenice la muestra.
- Inyecte 2ul directamente en la succión de la columna del GC SRI 8610.
- Iniciar la corrida con el botón del GC Star /run, la cual dura 36,75 minutos.
- Identifíquese los compuestos en la muestra por comparación de los tiempos de retención con los picos de los cromatogramas estándar.
- Guardar el cromatograma para los cálculos posteriores en la hoja de calculo correspondiente.

Nota: Si la inyección no se realiza inmediatamente se debe conservar el vial con el extracto de muestra en refrigeración protegido por la luz por un máximo de 7 días.

En las siguientes figuras se puede observar las condiciones en las cuales se programa el método para una correcta lectura:

Componentes:

Channel 1 components

C:\RespaldoPeak\LABSU COMPONENTES 2017.cpt

Peak	Name	Start	End	Calibration
1	BENCENO	6.958	7.513	
2	TOLUENO	12.528	13.586	
3	ETIL BENCENO	15.902	16.892	
6	P-XILENO	16.326	17.349	
8	O-XILENO	17.534	18.549	

Buttons: Add, Change, Remove, Calibrate, Load, Save, Clear, Print, OK

Integración:

Channel 1 integration

Peak detection sensitivity: Peak: 25.00 %, Base line: 10.00 %

Area reject: 10.000

Standard weight: 1.000

Sample weight: 1.000

Spike channel: None, 1, 2, 3, 4, 5, 6

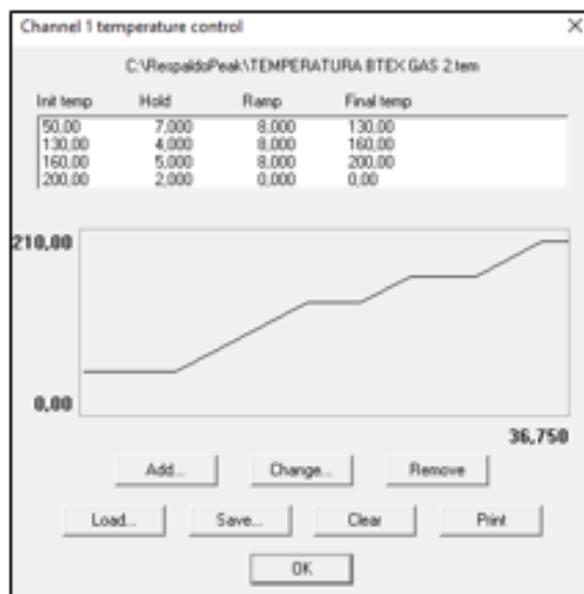
Merge results from channels: 1, 2, 3, 4, 5, 6

Buttons: OK, Cancel

Eventos:



Temperatura:



	DETERMINACION DE BTEX EN AGUAS, SUELOS Y EMISIONES A LA ATMÓSFERA (RESINA XAD₂).	PEE-LABSU-206
		Página 15 de 23

5.6. Tratamiento de resultados

El equipo EI-203 presenta los resultados como área bajo la curva (FU) este valor debe ser ingresado en la hoja de cálculo PEE20301-01 Protocolos de Trabajo, en el apartado **Area de muestra** y automáticamente se calcula el valor de la concentración total de BTEX en mg/L en función a la ecuación de la recta.

La fórmula aplicada para la determinación de BTEX es:

Concentración:

$$\frac{mg}{L} = A + F + D$$

Donde:

A= concentración de la muestra con respecto a la curva de calibración

F= Factor (Volumen de aire inyectado en condiciones de análisis)

D = Factor de dilución.

5.6.1 Cálculo de incertidumbre

La incertidumbre asociada a la medición de BTEX se calcula siguiendo los criterios establecidos en PG-LABSU-06.

5.7. Medidas de seguridad

Los compuestos siguientes han sido clasificados de forma provisional como conocidos o presuntos agentes carcinógenos para los seres humanos y los mamíferos: Benceno, Etilbenceno, Tolueno, (m, p, o-Xileno).

Durante la preparación de los estándares primarios de estos compuestos realizarlo dentro de una cámara y usar obligatoriamente mascarilla facial con filtros de protección para gases tóxicos, cuando se manejen altas concentraciones.

6. ANEXOS

ANEXO I

Diagrama de Muestreo

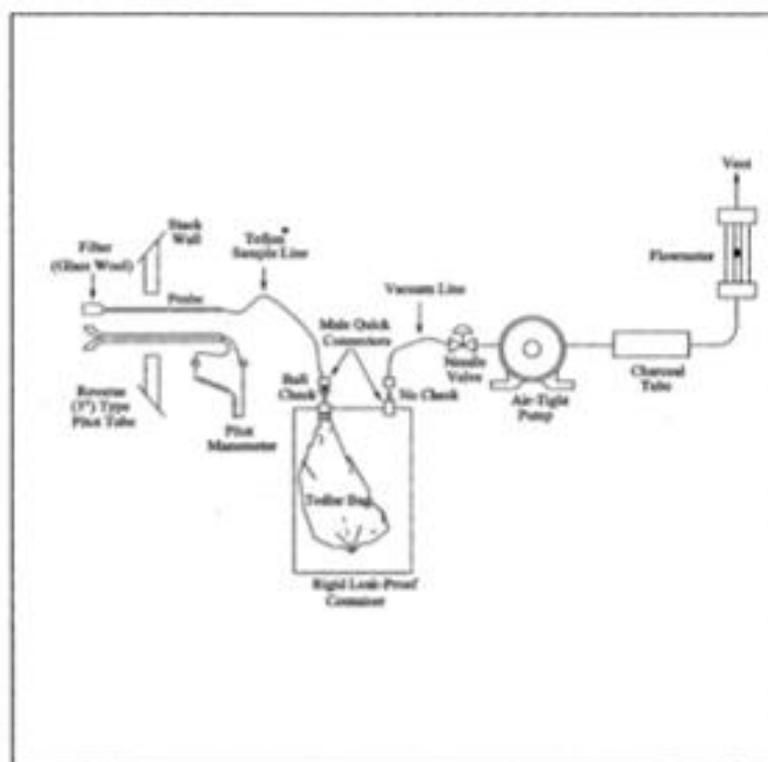


Figure 18-9. Integrated Bag Sampling Train.

ANEXO II
Diagrama Dilución

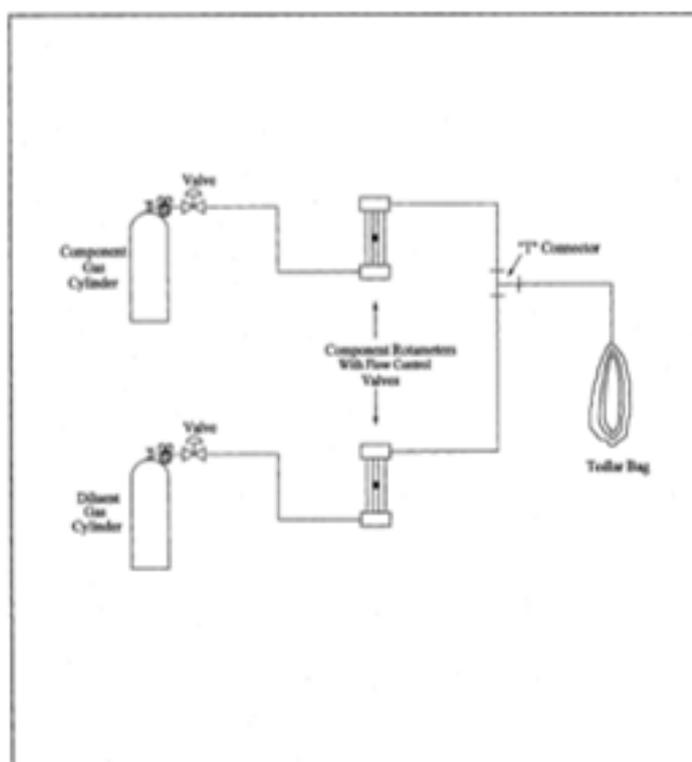


Figure 18-5. Single-Stage Calibration Gas Dilution System.

ANEXO E: FOTOS EN EL LABORATORIO



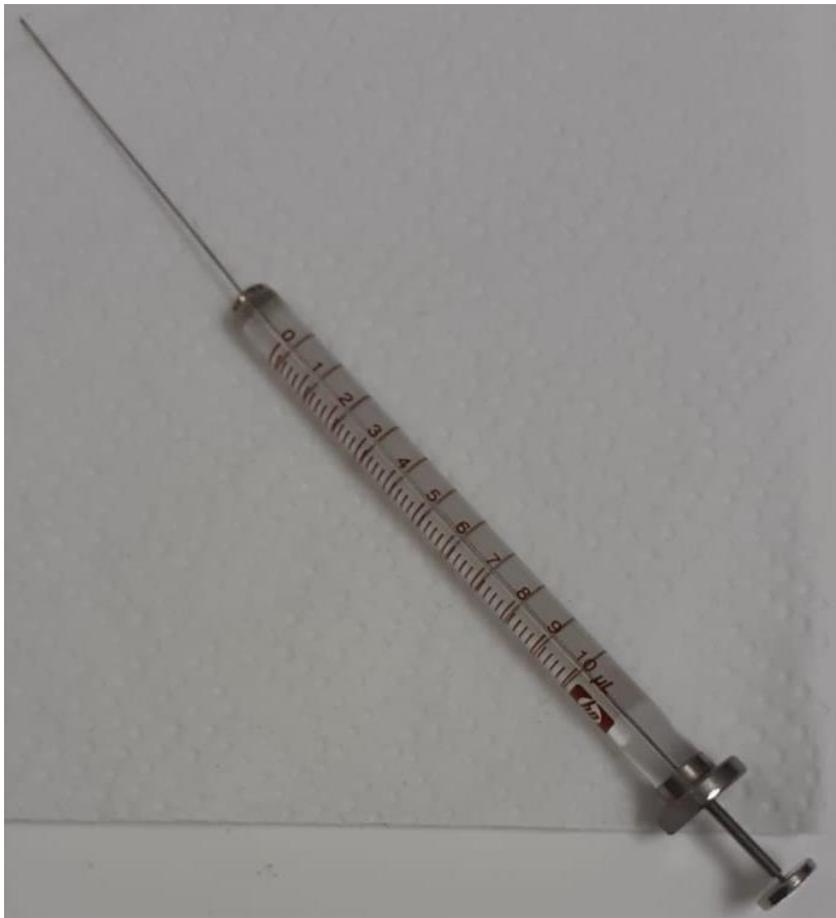
PREPARACIÓN DE CURVA



PUNTOS DE CURVA



VIALES CON CONCENTRACIONES CONOCIDAS



INYECCIÓN HEWLETT PACKARD 10 µl



INYECCION EN EL GC SRI 8610C



epoch

Dirección de Bibliotecas y
Recursos del Aprendizaje

**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y
DOCUMENTAL**

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 14 / 04 / 2022

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: <i>Jennifer Estefanía Villota Torres</i>
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: <i>Ciencias</i>
Carrera: <i>Química</i>
Título a optar: <i>Química</i>
f. Analista de Biblioteca responsable: <i>Ing. Leonardo Medina Ñuste MSc.</i>

LEONARDO
FABIO
MEDINA
NUSTE

Timado digitalmente por
LEONARDO FABIO MEDINA ÑUSTE
Número de reconocimiento (CNE)
0182, QUÍMICO CENTRAL DEL
Ecuador, en ENTIDAD DE
CERTIFICACIÓN DE INFORMACIÓN
SOBRE EL CUIPIS.
Serial/Número: 000021485,
emisor/Emisor: FABIO MEDINA
NUSTE
Fecha: 2022.04.14 15:27:29 -05'00'



0623-DBRA-UTP-2022