

**PROYECTO APLICADO PARA OPTAR POR EL TÍTULO DE INGENIERO DE  
ALIMENTOS**

ADECUACIÓN DE UN MÉTODO CUALITATIVO PARA HACER MEDICIONES  
CUANTITATIVAS DE ZINC POR ESPECTROFOTOMETRÍA EN AGUA CRUDA,  
TRATADA Y ENVASADA EN EL LABORATORIO ALISCCA S.A.S

Ricardo Ramírez Sánchez

Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD  
Escuela de Ciencias Básicas, Tecnología e Ingeniería (ECBTI)  
Pereira, Risaralda

2023

Proyecto de investigación aplicado como requisito parcial para optar por el título de:

**Ingeniero en Alimentos**

Director (a) Bibiana Rosero Carvajal

Mg. En procesos agroindustriales

Universidad Nacional Abierta y a Distancia UNAD

Escuela de Ciencias Básicas, Tecnología e Ingeniería (ECBTI)

Pereira, Risaralda

2023

## ***Dedicatoria***

*Dedico este trabajo a mis queridos padres, quienes han sido mi ejemplo y mi apoyo incondicional en todo momento. Gracias por inculcarme valores tan importantes como la perseverancia, la dedicación y el amor por el aprendizaje.*

*A mi amada esposa e hijo, que han sido mi fuente de inspiración y motivación constante. Gracias por su paciencia y comprensión durante este proceso, por animarme a seguir adelante y por ser mi razón de ser. A mi hermana que, por su amor incondicional y su apoyo, este logro no hubiera sido posible. Espero que este trabajo les haga sentir orgullosos, tanto como yo me siento de tenerlos en mi vida. Con todo mi amor y agradecimiento, les dedico mi tesis.*

## **Agradecimientos**

Quiero expresar mi sincero agradecimiento a mis compañeros de trabajo por su apoyo y colaboración en la realización de este proyecto. Sus aportes, sugerencias y comentarios fueron fundamentales para enriquecer el contenido de esta tesis.

Agradezco especialmente al Químico y Magíster en Química Omar Andrés Valencia Gutiérrez un gran amigo y compañero que guio con mucho entusiasmo todo este proyecto y mis compañeros de trabajo quienes me brindaron su ayuda de manera desinteresada y dedicaron su tiempo para discutir ideas y debatir sobre temas relevantes para este trabajo.

A la Ingeniera de Alimentos y Magister en Proceso Agroindustriales Bibiana Rosero Carvajal por su apoyo y guía durante todo este proceso.

También quiero agradecer a la empresa laboratorio Aliscca S.A.S., por brindarme la oportunidad de desarrollar este proyecto en el marco de mi trabajo y por permitirme aplicar los conocimientos adquiridos en mi formación académica en el ámbito laboral.

Sin duda, esta experiencia me ha permitido crecer tanto profesional como personalmente, y estoy muy agradecido por ello. Espero que este trabajo pueda ser de utilidad para la empresa y para la comunidad académica. Una vez más, gracias a todos los que hicieron posible este logro.

## Resumen

El zinc es un mineral esencial presente de forma natural en la tierra y común en las aguas subterráneas; sin embargo, concentraciones excesivas de zinc pueden ser perjudiciales tanto para la salud humana como para el ecosistema, por lo cual es importante medir los niveles de zinc en el agua para detectar posibles niveles peligrosos y obtener información útil para implementar medidas preventivas.

En el presente proyecto de investigación aplicado se generó la adaptación de un método cualitativo de identificación de zinc en aguas a un método cuantitativo mediante una técnica espectrofotométrica, que permitió obtener mediante su validación resultados de aptitud para el uso previsto esto se hace en relación a la necesidad presentada actualmente en el laboratorio Aliscca S.A.S de realizar la implementación de un método analítico para determinar zinc en agua tratada y envasada, se buscó un proceso que sea económico, que genere una mínima cantidad de desechos peligrosos, que sea rápido y que sea confiable, esto con el fin de mejorar y facilitar el proceso y el resultado del análisis apoyado en las múltiples competencias académicas del ingeniero de alimentos egresado de la UNAD, en este tipo de industria que le da la oportunidad de desarrollar la confirmación del método para determinar el zinc en agua, la cual aporta información valiosa para el desarrollo de políticas de gestión de aguas adecuadas, permitiendo salvaguardar a la salud pública y al medio ambiente de los riesgos que trae consigo este metal.

Por lo tanto, se procedió a generar un desarrollo del trabajado bajo los objetivos propuestitos en este proyecto aplicado donde se evaluó los costos directos e indirectos de esta metodología, también se abordó el balance de desechos generado por este método frente a los

desechos generados por la metodología de referencia con el fin de evaluar aumentos o reducción de desechos.

Una vez obtenida esta información mediante un procedimiento de validación definido y orientado según lineamientos del laboratorio Aliscca SAS cuyo sistema de gestión es basado en la norma ISO/IEC 17025 donde mediante el análisis de atributos del método se pudo definir y demostró la aptitud del método para el análisis de zinc cumpliendo los criterios de aceptación o rechazo del método de análisis.

## Tabla de Contenidos

Resumen.....	5
Planteamiento Del Problema.....	1
Objetivos.....	4
Objetivo General.....	4
Objetivos Específicos.....	4
Justificación .....	5
Marco Conceptual y Teórico .....	7
Generalidades.....	7
Validación de un Procedimiento Analítico.....	10
Metales presentes en el agua.....	11
Zinc .....	12
Fuentes de Zinc .....	13
Efectos en la Salud.....	14
Efectos del Zinc en Cultivos.....	15
Métodos Para Análisis de Zinc .....	16
Espectrofotometría.....	17
Normatividad .....	17
Metodología .....	22
Generalidades.....	22
Etapa 1. planificación.....	23

Estructuración de Anteproyecto y su Aprobación. ....	23
Plan de validación del método adaptado al Zinc. ....	23
Diseño de Procedimiento Estandarizado de Ensayo.....	33
Normalización.....	34
Resultados y discusión.....	42
Análisis de Costos de la metodología Zinc.....	42
Evaluación de balance de residuos generados .....	46
Cantidad de residuos generados.....	47
Barrido Espectral / Estabilidad de la Banda. ....	51
Evaluación de límites de detección instrumentales y del método.....	55
Comportamiento del blanco y límite de detección. ....	56
Evaluación de límite de cuantificación del método y Evaluación del valor máximo de cuantificación del método.....	60
Pruebas de linealidad, correlación lineal y pruebas de significancia de correlación lineal a un nivel de confianza del 95%.....	62
Homocedasticidad del método.....	66
Análisis de muestras reales precisión intermedia entre analistas.....	67
Determinación de concordancia en términos de % y Sesgo del método por medio de estimación de error sistemático de materiales de referencia.....	73
Prueba de desempeño entre laboratorios / Prueba de desempeño de método entre Analistas del laboratorio.....	78
Estimación de Incertidumbre para el Método de Zinc.....	85
Conclusiones.....	91



Recomendaciones ..... 94

Referencias..... 96

## Lista de tablas

Tabla 1 Asignación de responsables dentro del laboratorio Aliscca SAS .....	24
Tabla 2 Reactivos que se emplearán durante el ejercicio de verificación del método .....	25
Tabla 3 Equipos que se emplearán durante el ejercicio de verificación del método .....	26
Tabla 4 Aspectos de análisis a realizar .....	27
Tabla 5 Cronograma de actividades a desarrollar según lo acordado en el anteproyecto generado con la UNAD .....	31
Tabla 6 Análisis de Costos Iniciales método clásico inicial .....	43
Tabla 7 Análisis de Costos Iniciales método clásico eficiencia del 50% .....	44
Tabla 8 Análisis de Costos Iniciales Nuevo método a aplicar .....	45
Tabla 9 Balance Global de Desechos que se generan en el Método tradicional y en el Método a implementar .....	48
Tabla 10 Primer segmento de Balance Global de Desechos que se generan Método tradicional vs Método a implementar .....	49
Tabla 11 Segundo segmento de balance global de desechos que se generan: Método tradicional vs Método a implementar.....	50
Tabla 12 Robustes de la banda de lectura a 620 nm frente al tiempo.....	52
Tabla 13 Evaluación estabilidad MRC 0.5 mg Zn/L a través del tiempo (s).....	53
Tabla 14 Evaluación estabilidad MRC 3.0 mg Zn/L a través del tiempo (s).....	54
Tabla 15 Resultados de análisis de blancos .....	56
Tabla 16 Resultados de análisis de blancos segundo segmento .....	56
Tabla 17 Resultados de estimación de la varianza entre muestras .....	57

Tabla 18 Características de la regresión lineal del método de Zn .....	62
Tabla 19 Resultados individuales de lecturas Analista 1 O.A.V. ....	68
Tabla 20 Resultados individuales de lecturas Analista 2 R.R.S. ....	68
Tabla 21 Análisis Estadísticos individuales de las lecturas .....	69
Tabla 22 Resultados de Análisis para estándar de 0,1 mg Zn/L.....	74
Tabla 23 Resultados de Análisis para estándar de 0,5 mg Zn/L.....	75
Tabla 24 Resultados de Análisis para estándar de 3,0 mg Zn/L.....	75
Tabla 25 Resultados de Análisis para muestra artificial.....	82
Tabla 26 Resultados de Análisis obtenido por los analistas .....	83
Tabla 27 Incertidumbre precisión Intermedia.....	86
Tabla 28 Incertidumbre por instrumento Espectrofotómetro.....	86
Tabla 29 Incertidumbre Proveniente M.R.C.....	87
Tabla 30 Incertidumbre por Medición .....	87
Tabla 31 Incertidumbre por Muestreo .....	88
Tabla 32 Incertidumbre Estabilidad de la Banda de Zincon/Zinc .....	88

## Lista de Ilustraciones

Ilustración 1 Gráfico de Absorbancia vs Tiempo (s) de soluciones STD de 0.5 mg de Zn/ y 3.0 mg Zn/L .....	53
Ilustración 2 Tabla de distribución F para 0.05 (Tabla de distribución F para 0.05, s. f.).....	58
Ilustración 3 Gráfico de comportamiento de regresión lineal del método de Zn.....	64
Ilustración 4 Gráfico de Homocedasticidad del método de Zn.....	66
Ilustración 5 Fotografía de muestra preparada artificialmente para ensayo entre analistas. ....	80
Ilustración 6 Fotografía de muestra artificial coloreada para ensayo inicial. ....	81
Ilustración 7 Fotografía de Analistas procediendo al análisis de la muestra. ....	81
Ilustración 8 Identificación inicial de fuentes de incertidumbre.....	85
Ilustración 9 Impacto de fuentes de incertidumbre en el método .....	89

## Lista de Ecuaciones

Ecuación 1 estimación de la varianza entre muestras .....	57
Ecuación 2 Instrument Detection Level (IDL) .....	59
Ecuación 3 Desviación estándar de los residuos.....	59
Ecuación 4 Lower Level of Detection (LLD).....	60
Ecuación 5 Method Detection Level (MDL) .....	60
Ecuación 6 Level Of Quantitation Instrumental (LOQ) .....	61
Ecuación 7 Level Of Quantitation METHOD (LOQ) .....	61
Ecuación 8 (t) experimental .....	65
Ecuación 9 ecuacion lineal.....	67
Ecuación 10 Desviación estándar individual .....	69
Ecuación 11 coeficiente de variación .....	70
Ecuación 12 Media aritmética ponderada.....	71
Ecuación 13 Desviación estándar de la serie de mediciones .....	71
Ecuación 14 Desviación estándar de la serie de mediciones (Sz) .....	72
Ecuación 15 Desviación estándar total ( $\sigma$ ) .....	73
Ecuación 16 Relative Percent Difference .....	77

## Planteamiento Del Problema

El laboratorio Aliscca S.A.S carece de un método analítico para estimar zinc en aguas tratadas, crudas y envasadas, la implementación del método oficial Standard Methods 3500-Zn B, trae consigo tres problemáticas. La primera es el costo del reactivo denominado ZINCON (2-carboxi-2'-hidroximetil-5'-metilfenilazo) el cual es excesivamente costoso y en la proyección de uso no es posible un agotamiento que amerite la inversión frente al costo y su beneficio; la segunda problemática consiste en el desperdicio de reactivos ZINCON (2-carboxi-2'-hidroximetil-5'-metilfenilazo) grado reactivo y del Cianuro de Potasio (KCN), pues bien, la presentación mínima que se vende de este producto no puede acabarse en su totalidad sino antes de la fecha de su vencimiento, lo que genera dos desechos peligrosos y por lo tanto más costos para su tratamiento y lo relacionado con los riesgos de su almacenamiento dado dentro de la experiencia del laboratorio Aliscca SAS es habitual que por demanda en análisis la cual es variable se den estos fenómenos. La tercera problemática es la manipulación y el almacenamiento del Cianuro de Potasio, el cual es un insumo altamente peligroso como materia prima. Esto provoca que este sea tratado como un desecho y en los análisis que se hacen de estos se encuentra que, bajo su mala manipulación, el Cianuro de Potasio en cualquiera de las etapas puede ser mortal (Agency for Toxic Substances and Disease Registry. 2006). Esta problemática lleva a buscar alternativas más económicas, que no generen desperdicios o en su defecto que se minimice la generación de residuos y que además estos sean seguros dentro de su tratamiento. Es importante también que la relación que se le da a dicho componente sea favorable en términos de costo-beneficio en la implementación del método por el laboratorio.

Dentro del mercado encontramos métodos cualitativos de ZINC como lo es el método sujeto a adaptación HANNA HI 3854, el cual tiene como ventaja que el reactivo ZINCON viene preparado en sachets de aproximadamente de 0.40 g (HANNA INSTRUMENTS, s. f.). Haciendo esta metodología económica, aunque no es precisa por la escala de medición de 0.6 mg/L con un rango visual de 0 mg/L a 3.0 mg/L (HANNA INSTRUMENTS, s. f.), es subjetiva al concepto de color de quien opere el kit, sin embargo, es importante resaltar también cómo dentro de las ventajas de esta metodología no se requiere preparación ni manejos complejos del Cianuro de Potasio (el cual es un compuesto altamente peligroso, tóxico y nocivo para el medio ambiente) y gracias a que este viene integrado en presentación de sachet, se facilita su uso en el manejo. Por lo tanto, es vital resaltar que ante las ventas planteadas se pueda constituir el método HI 3854 como un modelo objetivo y adecuado para ser implementado por el laboratorio (HANNA INSTRUMENTS, s. f.); y bajo estudios adecuados demostrar si éste puede cuantificar de forma confiable el nivel de Zinc en las matrices que requiere el laboratorio, esto podría realizarse a través de estudios experimentales de desempeño del método. Dado que los laboratorios de análisis de la calidad están en la obligación de demostrar que los métodos analíticos que aplican son veraces y altamente confiables, pues de estos depende el éxito de sus resultados y de allí la toma de importantes decisiones de acuerdo con la información que estos proporcionan. La validación de metodologías analíticas, en laboratorios de ensayo, es una herramienta que junto con otros factores de control proporciona la verificación de que el resultado de un análisis es fiable y totalmente trazable.

Con base a lo argumentado, es posible entonces plantear la siguiente hipótesis para atender la problemática: ¿Es posible, adecuar el método HANNA HI 3854 para determinar y

cuantificar Zinc en agua cruda, tratada y envasada, de tal forma que reduzca costos de análisis, genere menos desechos peligrosos, minimice riesgos de manipulación de Cianuro de Potasio y logrando resultados confiables en el laboratorio Aliscca S.A.S.?

El papel del ingeniero de alimentos como profesional autónomo con la capacidad del manejo de conocimientos científicos y tecnológicos, que a su vez está en la búsqueda a la solución de problemas dentro del sector agroalimentario como también en los ámbitos relacionados a este. Además, debe sumársele a la labor del ingeniero el papel dinámico que cumple su rol en relación con todas las etapas de los procesos de producción, que abarca desde el control de calidad del agua empleada en el proceso o si es el caso, el producto final (agua envasada). Es por esto por lo que su labor participa a su vez en la validación de un método analítico donde se proporciona la evidencia efectiva de los requisitos particulares del método de zinc, aplicable para un uso propuesto y específico dentro de los lineamientos de un laboratorio, cuyo sistema de gestión de calidad se basa en la norma ISO 17025:2017.



## Objetivos

### Objetivo General

Realizar la adecuación de un método cualitativo para hacer mediciones cuantitativas de Zinc por espectrofotometría en agua cruda, tratada y envasada en el Laboratorio Aliscca S.A.S. Y evaluar su aptitud para el uso previsto.

### Objetivos Específicos

- Realizar un estudio ejecutivo de costos por ensayo, para determinar si la adecuación del método cualitativo, para determinación de zinc en agua, adaptado a un método cuantitativo en el laboratorio Aliscca S.A.S, es un servicio económicamente viable.
- Realizar un balance de residuos generados para evaluar el método de referencia y el método adaptado, con el fin de determinar cuál genera menor número y cuál menor cantidad de desechos peligrosos.
- Documentar la validación de la técnica de la adaptación del método cualitativo de Zinc a cuantitativo por espectrofotometría en agua cruda, tratada y envasada definiendo los parámetros experimentales como error relativo, porcentaje de recuperación, repetitividad, robustez, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad, exactitud, sensibilidad.

## Justificación

El laboratorio Aliscca S.A.S ha suscrito diferentes convenios y contratos en el año 2023 con la particularidad de que debe analizar dentro de la oferta pactada el Zinc en diferentes muestras de agua y para dar cumplimiento al compromiso contractual ha requerido recurrir a la subcontratación del ensayo. Sin embargo, por los altos costos de esta actividad la alta dirección del laboratorio ha manifestado al área técnica su necesidad de implementar un método confiable, rentable y seguro, con el fin de atender las necesidades analíticas de la empresa.

El laboratorio cuenta con 18 de años de experiencia en la realización de ensayos de laboratorio y actualmente posee la acreditación en la norma internacional ISO/IEC 17025:2017. Por ello cuenta con un equipo de laboratorio experimentado, que ha evaluado preliminarmente todas las posibilidades y que ha llegado a la hipótesis de que teóricamente podría ser posible la adaptación de un método cualitativo para obtener resultados cuantitativos en los niveles de detección de Zinc deseados. El realizar un estudio de fundamentos y de factibilidad técnica y económica se encomendó al subdirector técnico del laboratorio (Autor de este proceso de investigación) el cual realizó un análisis documental y determinó algunas propuestas teóricas claves para la realización del proyecto, entre ellas:

- 1) El laboratorio cuenta con un espectrofotómetro HACH DR 2800 calibrado con una celda de paso óptico de 5 cm, esta particularidad de un paso óptico amplio posiblemente permita el nivel de detección de Zinc que el laboratorio necesitaría.

- 2) El fundamento del método es idéntico al fundamento del método de referencia por lo que su adaptación técnicamente sería posible, integrando aspectos claves del método de referencia como por ejemplo la longitud de onda donde se realiza la medición y donde la banda del complejo Zinc-Zincon tiene su máximo de absorbancia, el espectrofotómetro del laboratorio tiene dentro de su rango operativo la longitud de onda necesaria.
- 3) Por un análisis de costos preliminar, la inversión para este proyecto está dentro del presupuesto para I+D del laboratorio, lo que lo hace factible.
- 4) Los atributos estadísticos derivados de las pruebas de validación realizadas al método adaptado, determinarán si el método es apto o no apto para el uso previsto por el laboratorio.

La propuesta planteada y el desarrollo experimental de la misma son una oportunidad importante para consolidar mi proyecto aplicado como alternativa de trabajo de grado para optar para el título de Ingeniero de Alimentos siendo el control de calidad de los alimentos un eje fundamental en el proceso de ingeniería. Es allí en el deseo de obtener resultados que apoyen el cumplimiento de estas normas, en donde los laboratorios de control de calidad buscan demostrar que sus métodos analíticos, pueden dar resultados confiables y adecuados para la finalidad que se requiere, ya que con base en estos se toman decisiones, las cuales están encaminadas a un mejor control de calidad (Miller & Miller, 2002).

## Marco Conceptual y Teórico

### Generalidades

El zinc es un metal que se encuentra naturalmente en la corteza terrestre y puede estar presente en el agua debido a la disolución de minerales y rocas. El zinc es un micronutriente esencial para la vida humana y desempeña un papel importante en varias funciones biológicas. Sin embargo, la exposición excesiva al zinc en el agua potable puede tener efectos adversos en la salud humana y en el medio ambiente. (Lugo, 2017).

Es importante resaltar que el zinc en el agua puede provenir de diversas fuentes, como la minería, la industria, la agricultura y las actividades humanas en general. Una vez que se libera en el medio ambiente, el zinc puede unirse a partículas en suspensión, sedimentarse en el fondo de los cuerpos de agua o disolverse en el agua. La cantidad de zinc presente en el agua puede variar ampliamente según la ubicación geográfica y las actividades humanas locales. Por ello el zinc en el agua puede afectar la calidad del agua y la salud humana, dado que la ingesta excesiva de zinc puede causar náuseas, vómitos, diarrea, dolor abdominal y otros efectos adversos en la salud humana. Además, el zinc puede afectar la calidad del agua al cambiar el sabor, el olor y el color del agua, así como al interferir con la vida acuática y la calidad del hábitat de estas especies (Alloway, B. J. 2008).

Para limitar la exposición al zinc en el agua, se han establecido límites de contaminación del agua para el zinc en todo el mundo. La Organización Mundial de la Salud (OMS) ha establecido un límite máximo de contaminación del agua para el zinc de 3 mg/L (OMS, 2011).

Además, la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA) ha establecido un límite máximo de contaminación del agua para el zinc de 5 mg/L (EPA, 2009). En conclusión, el zinc es un metal que se encuentra naturalmente en el agua y puede estar presente en niveles variados en función de la ubicación geográfica y las actividades humanas locales. El zinc en el agua puede tener efectos adversos en la salud humana y en el medio ambiente, por lo que se han establecido límites de contaminación del agua para el zinc en todo el mundo. Es importante monitorear regularmente los niveles de zinc en el agua potable y tomar medidas para limitar la exposición excesiva al zinc en el agua (EPA, 2009).

La validación de métodos analíticos es un proceso fundamental en el análisis de agua y otros tipos de muestras. Se refiere a la confirmación de que un método analítico en particular es adecuado para su uso en un contexto específico, lo que significa que es capaz de proporcionar resultados precisos y reproducibles para una serie de parámetros. En este sentido, la validación de métodos analíticos es una parte crítica de cualquier proceso de análisis de agua, ya que los resultados obtenidos pueden tener implicaciones significativas para la salud pública, la seguridad y el medio ambiente por ello en el proceso de validación de métodos analíticos se incluyen varios pasos. En primer lugar, se debe establecer la exactitud del método, es decir, la capacidad del método para proporcionar resultados cercanos al valor real. Esto se puede lograr mediante la comparación de los resultados del método analítico con los valores de referencia establecidos utilizando métodos de referencia validados y reconocidos. La exactitud también se puede determinar a través de estudios de recuperación y adición de estándares (Miller & Miller, 2002).

En segundo lugar, se debe evaluar la precisión del método, que se refiere a la capacidad del método para proporcionar resultados consistentes y reproducibles. Esto se puede lograr mediante la realización de estudios de repetibilidad y reproducibilidad, que implican la repetición del análisis en diferentes días y por diferentes analistas para determinar la variación en los resultados (Miller & Miller, 2002).

En tercer lugar, se debe determinar la selectividad del método, es decir, la capacidad del método para distinguir el analito de otros componentes presentes en la muestra. La selectividad se puede lograr a través de la realización de estudios de interferencia y estudios de especificidad (Boqué, R.2005).

Por último, se debe evaluar la sensibilidad del método, que se refiere a la capacidad del método para detectar el analito a niveles bajos en la muestra. Esto se puede lograr mediante la realización de estudios de límite de detección y límite de cuantificación (Boqué, R.2005). La validación de métodos analíticos es un proceso continuo, y los métodos deben validarse regularmente para garantizar la calidad de los resultados analíticos. De este modo, los resultados de la validación del método deben documentarse y comunicarse claramente en informes o publicaciones científicas; lo que nos lleva a reconocer que la validación de métodos analíticos en el análisis de agua es un proceso crítico que debe llevarse a cabo para garantizar que los resultados obtenidos sean precisos, confiables y reproducibles. La validación de un método analítico implica la evaluación sistemática de diversos parámetros, como la precisión, la exactitud, la linealidad, la selectividad, la robustez y la estabilidad, entre otros. En términos conceptuales, la validación de métodos analíticos implica la evaluación sistemática y rigurosa del

método, el cual incluye la selección adecuada de los equipos y materiales; la definición de los parámetros de validación, la evaluación de la precisión y exactitud del método; la evaluación de la linealidad y selectividad, y la evaluación de la robustez y la estabilidad del método. También se consideran otros factores importantes, como la capacidad del método para detectar contaminantes y la incertidumbre asociada con los resultados.

### **Validación de un Procedimiento Analítico**

Actualmente, los laboratorios de análisis de la calidad están en la obligación de demostrar que los métodos analíticos que aplican son veraces y altamente confiables, pues de estos depende el éxito de sus resultados y de allí la toma de importantes decisiones de acuerdo con la información que estos proporcionan. La validación de metodologías analíticas en laboratorios de ensayo es una herramienta que, junto con otros factores de control, proporciona la verificación en el resultado de un análisis en determinar si es o no fiable y totalmente trazable. Por esta razón, surge la necesidad de realizar la validación con el propósito de suministrar resultados de excelente calidad, los cuales sólo se pueden obtener con la implementación de sistemas muy bien definidos, planeados, documentados y desarrollados exhaustivamente. Este proceso debe garantizar, de manera trazable, los atributos de respuesta de cada método, desde sus posibles interferencias hasta qué tan robustos pueden ser durante el desarrollo de estos.

Se parte de la implementación de una nueva metodología analítica la cual es imperativa en la generación de la validación de dicha técnica analítica; puesto que ésta a su vez está ligada a la necesidad de un proceso de control de calidad de aguas y alimentos que puede identificar el analito de estudio (en nuestro caso en zinc) y así de esta forma, formular mediante un proceso

analítico un resultado verídico, confiable y reproducible. Esto tendrá como resultado la repercusión en la toma de decisiones en los procesos agroindustriales, esto llevará a demostrar mediante el proceso de implementación y validación, la magnitud de los errores (sistemáticos y aleatorios) que acompañan cada ensayo, y de esta manera a través con argumentos sólidos se puede establecer cómo y qué tanto influyen los diferentes componentes de error y desviaciones en el valor del resultado emitido, dando así total credibilidad a su trabajo y sumar entonces valor analítico a sus análisis. El papel del ingeniero de alimentos en la actualidad cumple un papel dinámico en casi todas las etapas de los procesos de producción agroalimentaria, procesos que van desde el control de calidad del agua empleada en el proceso (o como en este caso el control de un analito de interés para el proceso) hasta ser partícipe activo en la validación de un método analítico donde se proporcione la evidencia efectiva de los requisitos particulares del método de zinc aplicable para un uso propuesto específico, bajo los lineamientos de un laboratorio cuyo sistema de gestión de calidad se basa en la norma ISO 17025:2017.

### **Metales presentes en el agua.**

Los metales presentes en el agua pueden provenir de diversas fuentes, como la erosión de suelos, la industria, la minería, la agricultura y la eliminación inadecuada de residuos. Estos metales pueden ser tóxicos para la vida acuática y, si se consumen en grandes cantidades, también pueden ser perjudiciales para la salud humana.

Según un estudio realizado por Zhou et al. (2019), algunos de los metales más frecuentes encontrados en el agua son el hierro, el aluminio, el manganeso, el cobre, el zinc y el plomo. Estos metales pueden ser medidos en partes por millón (ppm) o en partes por billón (ppb)



dependiendo de la concentración en el agua. Es importante tener en cuenta que los niveles aceptables de estos metales en el agua varían según las regulaciones de cada país y organización. Por ejemplo, la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA), tiene límites máximos permitidos para cada metal en el agua potable.

En resumen, los metales presentes en el agua pueden ser perjudiciales para la vida acuática y la salud humana, por lo que es importante monitorear y regular sus niveles en el agua potable.

## **Zinc**

El zinc es un oligoelemento esencial que desempeña un papel importante en numerosas funciones biológicas, como la síntesis de proteínas, la división celular, el sistema inmunológico y la función cognitiva. Según la Organización Mundial de la Salud (OMS), la ingesta diaria recomendada de zinc para adultos es de 9.5 mg a 11 mg para hombres y 7.5mg 9.5 mg para mujeres, mientras que las mujeres embarazadas y lactantes pueden necesitar hasta 13mg 14 mg por día.

Una deficiencia de zinc puede causar problemas de salud como retraso en el crecimiento, pérdida de cabello, problemas de piel, problemas de memoria y disfunción inmunológica. Además, los estudios han demostrado que el zinc también puede tener propiedades antioxidantes y antiinflamatorias, lo que lo convierte en un suplemento popular para mejorar la salud y prevenir enfermedades.

Sin embargo, el consumo excesivo de zinc puede tener efectos adversos en la salud. La ingesta diaria máxima recomendada de zinc es de 40 mg para adultos, ya que la sobredosis de zinc puede causar náuseas, vómitos, diarrea, dolores de cabeza y, en casos extremos, daño hepático y renal. Además, el consumo crónico de altas dosis de suplementos de zinc puede afectar negativamente la absorción de otros nutrientes, como el cobre y el hierro, lo que puede resultar en una deficiencia de estos nutrientes y afectar la salud a largo plazo.

En conclusión, el zinc es un mineral esencial para una buena salud, pero es importante consumirlo en las cantidades recomendadas para evitar efectos adversos. La ingesta adecuada de zinc se puede lograr a través de una dieta equilibrada, que incluya alimentos ricos en zinc como: carne, mariscos, nueces y legumbres. Los suplementos de zinc deben ser tomados bajo supervisión médica para evitar una sobredosis y sus efectos secundarios.

### **Fuentes de Zinc**

El zinc es un metal que puede ser tóxico para la salud humana en grandes cantidades. Algunas fuentes de contaminación por zinc incluyen:

- Aguas residuales industriales: las industrias que utilizan zinc en sus procesos productivos pueden liberar grandes cantidades de este metal en las aguas residuales, contaminando los ríos y arroyos cercanos.
- Emisiones de vehículos: los gases de escape de los vehículos pueden contener partículas de zinc que se liberan a la atmósfera y pueden depositarse en el suelo y el agua cercanos.

- Fertilizantes: algunos fertilizantes utilizados en la agricultura pueden contener zinc y, si se aplican en exceso, pueden contaminar los suelos y las aguas subterráneas.

Algunos productos alimenticios: ciertos alimentos y suplementos nutricionales que contienen altas concentraciones de zinc pueden ser tóxicos si se consumen en grandes cantidades. (Agency for Toxic Substances and Disease Registry 2020)

### **Efectos en la Salud**

El consumo de agua contaminada con altas concentraciones de zinc puede tener efectos adversos en la salud humana, incluyendo:

- Trastornos gastrointestinales: la ingestión de grandes cantidades de zinc puede causar náuseas, vómitos, diarrea, dolor abdominal y calambres estomacales.
- Daño renal: la exposición prolongada al zinc puede dañar los riñones y aumentar el riesgo de enfermedad renal crónica.
- Problemas neurológicos: el zinc puede acumularse en el cerebro y causar daño neurológico, incluyendo convulsiones, alteraciones del estado de ánimo y disminución del rendimiento cognitivo.
- Alteraciones del sistema inmunológico: el zinc en exceso puede afectar negativamente la función del sistema inmunológico y aumentar el riesgo de infecciones.

- Anemia: el zinc en exceso puede interferir con la absorción de hierro y aumentar el riesgo de anemia. (Agency for Toxic Substances and Disease Registry 2020)

### **Efectos del Zinc en Cultivos**

El zinc es un micronutriente esencial para el crecimiento y desarrollo de las plantas, pero un exceso de zinc en el agua de riego puede ser perjudicial para la calidad de las cosechas y para la salud del suelo. Algunos de los efectos negativos que puede tener regar plantas con altos contenidos de zinc en el agua incluyen:

- Reducción del crecimiento y desarrollo de las plantas: Un exceso de zinc en el agua de riego puede afectar la absorción de otros nutrientes esenciales para el crecimiento y desarrollo de las plantas, lo que puede resultar en una reducción del crecimiento y desarrollo de las plantas
- Disminución de la calidad de las cosechas: El exceso de zinc en el agua de riego puede provocar una disminución en la calidad de las cosechas, lo que puede afectar la rentabilidad del cultivo.
- Acumulación de zinc en el suelo: Si se riegan plantas con agua con altos contenidos de zinc de forma continuada, el zinc puede acumularse en el suelo y afectar su calidad y fertilidad.
- Contaminación del agua subterránea: El exceso de zinc en el agua de riego puede provocar la contaminación del agua subterránea, lo que puede afectar la salud de los ecosistemas acuáticos y de las personas que dependen del agua subterránea para el consumo humano y animal.

Por lo tanto, es importante monitorear y controlar el nivel de zinc en el agua de riego, especialmente en áreas donde hay una alta concentración de metales pesados en el suelo y/o en el agua de riego. (Food and Agriculture Organization of the United Nations 2012).

### **Métodos Para Análisis de Zinc**

Existen varios métodos para cuantificar el zinc en muestras, algunos de los métodos más comunes incluyen:

- Espectroscopia de absorción atómica (EAA): la EAA es uno de los métodos más utilizados para cuantificar el zinc en muestras. Este método utiliza una fuente de luz para excitar los átomos de zinc en la muestra y luego mide la cantidad de luz absorbida para determinar la cantidad de zinc presente.
- Espectroscopia de emisión atómica (EEA): la EEA es similar a la EAA, pero mide la luz emitida por los átomos de zinc en lugar de la cantidad de luz absorbida.
- Espectrometría de masas: la espectrometría de masas es una técnica que permite identificar y cuantificar la cantidad de zinc en una muestra basándose en la masa de los iones de zinc presentes.
- Electroquímica: la electroquímica es un método que se utiliza para cuantificar el zinc en soluciones acuosas mediante la medición de la corriente eléctrica generada por la reducción del zinc en un electrodo.
- Titulación: la titulación es un método en el que se agrega una solución estándar de un reactivo conocido a una muestra de zinc para determinar la cantidad de zinc presente en la muestra.

## **Espectrofotometría**

La espectrofotometría es una técnica analítica que se utiliza para medir la cantidad de luz absorbida o transmitida por una muestra en diferentes longitudes de onda del espectro electromagnético. La espectrofotometría se utiliza comúnmente para cuantificar la concentración de compuestos en una muestra, como, por ejemplo, la concentración de una sustancia en una solución.

La espectrofotometría se basa en el principio de que cada sustancia absorbe o transmite la luz en diferentes longitudes de onda. Un espectrofotómetro utiliza una fuente de luz que emite luz en una longitud de onda específica y mide la cantidad de luz que pasa a través de una muestra en esa longitud de onda. La cantidad de luz absorbida o transmitida se convierte en una señal eléctrica que se puede utilizar para cuantificar la concentración de la sustancia de interés en la muestra.

La espectrofotometría se utiliza en una amplia variedad de campos, como la bioquímica, la química analítica, la ciencia de los materiales y la física. También se utiliza para la identificación de compuestos desconocidos, la determinación de la pureza de las muestras y la caracterización de la estructura de moléculas. (Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. 2017).

## **Normatividad**

En Colombia, la cantidad máxima permitida de zinc en el agua potable está regulada por la Resolución 2115 de 2007, expedida por el Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial. Esta resolución establece los estándares de calidad del agua potable y establece los

límites máximos permisibles (LMP) de diversos contaminantes, incluyendo el zinc. Según la Resolución 2115 de 2007, el LMP para el zinc en agua potable es de 5 mg/L (miligramos por litro). Esto significa que la concentración de zinc en el agua potable no debe superar este valor para garantizar la seguridad y la salud de los consumidores. Es importante tener en cuenta que esta resolución sólo se aplica al agua potable destinada al consumo humano y no incluye otros tipos de agua, como agua de riego o agua para uso industrial.

Partiendo de que el Codex Alimentarius es una colección de normas y recomendaciones internacionales sobre alimentos y su seguridad alimentaria, desarrolladas por la Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO) y la Organización Mundial de la Salud (OMS). El Codex Alimentarius no establece límites máximos permisibles específicos para el zinc en agua envasada, pero sí proporciona directrices generales para la calidad del agua potable.

Según el Codex Alimentarius, el agua envasada debe cumplir con los mismos requisitos microbiológicos y fisicoquímicos que el agua potable. Esto significa que el agua envasada debe estar libre de contaminantes químicos y microbiológicos que puedan representar un riesgo para la salud humana. Además, el Codex Alimentarius recomienda que el agua envasada debe tener un sabor, olor y color aceptables, y no debe contener ningún producto químico o sustancia que pueda alterar las características organolépticas del agua. Es importante destacar que, aunque el Codex Alimentarius no establece un límite máximo permisible específico para el zinc en agua envasada, muchos países y organizaciones internacionales han establecido límites máximos

permisibles para esta sustancia, incluyendo la Organización Mundial de la Salud (OMS) y la Unión Europea.

Tanto la Organización Mundial de la Salud (OMS) como la Unión Europea han establecido límites máximos permisibles (LMP) para el zinc en agua potable. Según la OMS, el límite máximo permisible de zinc en agua potable es de 3 mg/L (miligramos por litro). La OMS establece este valor como una guía para la calidad del agua potable, con el fin de proteger la salud humana y prevenir efectos adversos a largo plazo. Por su parte, la Unión Europea establece un límite máximo permisible de zinc en agua potable de 5 mg/L. Este valor se establece en la Directiva 98/83/CE del Consejo de la Unión Europea, relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano. La directiva establece los requisitos mínimos de calidad para el agua potable en la UE, incluyendo límites máximos permisibles para una amplia variedad de contaminantes químicos y microbiológicos. Es importante destacar que estos límites máximos permisibles se establecen como guías para la calidad del agua potable y se basan en la mejor evidencia científica disponible en el momento de su establecimiento. Sin embargo, las autoridades sanitarias pueden establecer límites más estrictos para garantizar la seguridad del agua potable en su jurisdicción.

La Administración de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos (FDA, por sus siglas en inglés) no establece un límite máximo permisible (LMP) específico para el zinc en el agua potable o envasada. En su lugar, la FDA establece límites para los niveles totales de metales pesados, incluyendo el zinc, que pueden estar presentes en el agua potable o envasada.



Para el agua envasada, la FDA establece un límite de 5 partes por mil millones (ppb) para el zinc, en su guía de calidad de agua embotellada. Este límite es aplicable a cualquier tipo de agua envasada que se venda en los Estados Unidos.

Para el agua potable, la EPA (Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos) establece un límite de contaminación máxima (MCL, por sus siglas en inglés) de 5 mg/L para el zinc en su Regla de Agua Potable Segura. Este límite se aplica a las compañías de agua pública que suministran agua potable a los hogares y negocios en los Estados Unidos. Es importante destacar que los límites máximos permisibles y los límites de contaminación máxima son establecidos por las autoridades sanitarias con base a la evidencia científica que se encuentra disponible en el momento de su establecimiento, lo que implica y explica que el proceso pueda variar de un país a otro.

Por último, la recomendación de nivel de zinc en agua de riego depende de varios factores, como el tipo de cultivo y las características del suelo. En general, se considera que el zinc es un micronutriente esencial para el crecimiento y desarrollo de las plantas, pero un exceso de zinc en el agua de riego puede ser perjudicial para la calidad de las cosechas y para la salud del suelo.

La Organización de las Naciones Unidas para la Agricultura y la Alimentación (FAO) establece que el nivel de zinc en el agua de riego debe ser monitoreado y controlado, especialmente en áreas donde hay una alta concentración de metales pesados en el suelo y/o en el

agua de riego. La FAO recomienda un nivel máximo de zinc en agua de riego de 2 mg/L para evitar efectos negativos en el crecimiento de las plantas.

Es importante tener en cuenta que las recomendaciones específicas pueden variar dependiendo del tipo de cultivo y las características de la zona geográfica. Es recomendable que los agricultores consulten con expertos en suelos y agua para determinar el nivel adecuado de zinc en el agua de riego para sus cultivos. (Food and Agriculture Organization of the United Nations 2012).

## Metodología

### Generalidades

Para la ejecución de la propuesta se procedió a realizar inicialmente un estudio de costos de materias primas, adecuación del uso de estas en la preparación de soluciones analíticas y costo por cantidad utilizada por ensayo, considerando la cantidad usada también en el aseguramiento y controles de calidad del ensayo. Esta actividad se realizó tanto para el método de referencia como para el método adaptado. Para ello se partió desde la fase uno con el desarrollo del procedimiento operativo estandarizado (POE) del método donde una vez identificado los insumos que participaron en la metodología analítica se procedió mediante la red de proveedores del laboratorio a realizar la respectiva cotización de dichos insumos y estos hacen parte del primer segmento de análisis de costos ya que se contemplaron otras variables dentro de estos costos asociados al uso de equipos que intervinieron en el proceso de análisis y el tiempo del analista que realizó la actividad, esto enmarcado en un análisis de costos directos e indirectos.

Se procedió a realizar una evaluación de sustancias y reactivos utilizados para el ensayo tanto para el método de referencia como el método adaptado. Se evaluaron frente a las hojas de seguridad, la cantidad de residuos generados como también el tipo y la peligrosidad de los desechos de análisis. Este estudio se realizó con una proyección a dos años.

Se realizó un plan de validación del método y un informe de validación del método cualitativo adaptado a cuantitativo por espectrofotometría con el fin de determinar la confiabilidad del ensayo en diferentes matrices. Se realizó de acuerdo con la proyección las siguientes actividades para conocer el desempeño del método:

## **Etapa 1. planificación**

### ***Estructuración de Anteproyecto y su Aprobación.***

Se presenta la oportunidad para realizar este estudio y para esto se llevó a cabo el debido procedimiento a nivel interno como lo fue la presentación del anteproyecto ante la Universidad Nacional Abierta y a Distancia (UNAD) en conjunto con la dirección del Laboratorio de análisis de aguas y alimentos, Laboratorio Aliscca S.A.S. Este proceso se dio gracias al apoyo del director técnico del área de Fisicoquímico, el Químico y Magíster en Química Omar Andrés Valencia Gutiérrez, y bajo el apoyo de la docente de la institución, la Ingeniera de Alimentos y Magíster en Alimentos Bibiana Rosero Carvajal. A partir de este acercamiento se presentó el documento estructurado, el cual fue presentado y aprobado, posteriormente, para el desarrollo de la propuesta de investigación y así dar cumplimiento inicial a esta parte de la etapa 1.

### ***Plan de validación del método adaptado al Zinc.***

Llevado a cabo mediante los lineamientos del laboratorio dentro de su documentación acogida por su sistema de gestión de calidad según el procedimiento F-PR-VA-35 [v14] validación de métodos analíticos y estimación de incertidumbre.

Con el fin de estar alineado con el sistema de gestión de calidad del laboratorio Aliscca S.A.S. el cual se encuentra acreditado en la norma internacional ISO 17025:2017 y cuyo sistema de gestión de calidad se basa en dicha norma se procede a plantear un plan de validación donde se establece:

#### **Alcance.**

El alcance del método es para agua cruda, agua tratada y agua envasada.

## Responsables

Tabla 1 Asignación de responsables dentro del laboratorio Aliscca SAS

Nombre	Rol en el Laboratorio	Actividad
Cristian Camilo Hincapié	Analista	- Elaboración del plan de verificación.
Omar Andrés Valencia	Analista	- Análisis de datos y estadística.
G		
Omar Andrés Valencia	Analista	- Experimentación.
/ Ricardo Ramírez Sánchez		- Revisión del plan y del informe de verificación
Omar Andrés Valencia	Analista,	- - Experimentación.
/ Ricardo Ramírez Sánchez	Subdirección Y Dirección	- Revisión de información y consolidación de datos. -Elaboración del informe de verificación -Revisión de información y consolidación de datos

Nota: esta tabla muestra cómo se asignan roles dentro del desarrollo del plan de verificación dentro de la organización

### Abreviaturas

Se empleó en este plan inicial las siguientes abreviaturas:

POE: Procedimiento Operativo Estandarizado

MRC Material de referencia certificado.

Abs: Absorbancia.

STD: Estándar

BKO: Blanco

### Reactivos y Materiales

Se identificó inicialmente los reactivos y materiales que se emplearán en el respectivo estudio por parte del área de fisicoquímica del laboratorio Aliscca, con el fin de separar dichos recursos dentro de su presupuesto, donde se evidenció que se requiere:

*Tabla 2 Reactivos que se emplearán durante el ejercicio de verificación del método*

<b>Nombre</b>	<b>Lote</b>	<b>Marca</b>	<b>Fecha de Vencimiento</b>	<b>Documentación técnica relacionada y su ubicación</b>
<b>CICLOHEXANONA</b>	0369	HANNA	2027-05	-Certificados en carpeta física de Certificados De Análisis.
<b>CIANURO DE</b>	H087	HANNA	2027-07	
<b>POTASIO</b>				
<b>BUFEREADO</b>				

Nota: Aquí brevemente la identificación e individualización dada a cada reactivo empleado con las características más relevantes para el laboratorio Aliscca S.A.S.

Dentro de los materiales que se requirieron se hicieron necesarios: 1) un recipiente cilíndrico de plástico para muestra con tapa de cierre hermético; 2) puntas de plástico intercambiables y, por último, 3) el uso de celdas de espectrómetro con paso óptico de 1 pulgada.

### **Material de Referencia**

Se identificó que para el desarrollo del proyecto se emplea un MRC de 1000 mg Zn/L marca Merck / Supelco con lote HC15469706 y con una fecha de vencimiento de 2025-03-31. Dicho material de referencia contó con su respectivo certificado de calidad dado por el fabricante y fue empleado en el desarrollo de los cálculos de la regresión lineal que se propusieron

### **Equipos Empleados**

Se identificaron el empleo de los siguientes equipos:

*Tabla 3 Equipos que se emplearán durante el ejercicio de verificación del método*

<b>Nombre</b>	<b>Identificación</b>	<b>Marca</b>	<b>Documentación técnica</b>
			<b>relacionada y su ubicación</b>
<b>1.Transferpipeta</b>	<b>FQ-E-51</b>	<b>BRAND</b>	<b>Interna</b>

<b>2. Espectrofotómetro</b>	FQ-E-026	HACH	-Certificados en carpeta física de Certificados De Análisis.
<b>HACH DR 2800</b>			

Nota: Aquí brevemente la identificación e individualización dada a cada equipo empleado en laboratorio Aliscca S.A.S.

### **Condiciones Ambientales**

Temperatura ambiente entre los 22°C y los 28°C El método no referencia control ambiental. Se hace para el espectrofotómetro.

### **Muestras a Evaluar**

Se planteó inicialmente dentro de la organización el realizar las siguientes muestras descritas a continuación:

*Tabla 4 Aspectos de análisis a realizar*

<b>ACTIVIDAD</b>	<b>RESPONSABLE</b>
Evaluación Estabilidad Banda Abs/T A 0,5 mg Zn/L Y 3,0 mg Zn/L	OAV - RRS
Evaluación Blancos De Reactivos	OAV - RRS
Implementación De Regresión Lineal	OAV - RRS



Evaluación Límite De Cuantificación Y Límite Máximo	OAV - RRS
Lectura	
Consolidación Información Y Análisis Estadístico	OAV - RRS
Elaboración De Informe	RRS
Revisión Y Aprobación Informe	OAV

Nota: Elaboración Propia

### **Guía de verificación**

Para el desarrollo de la propuesta de investigación aplicada se empleó documentación interna de la organización F-PR-VA-35 procedimiento validación e incertidumbre. Esto como base para el desarrollo del ejercicio dentro de la organización.

### **Diseño de la Verificación / validación**

Dentro del ejercicio se planeó inicialmente darle trámite a los siguientes resultados que se quieren alcanzar con base a:

- Evaluación estabilidad Banda Abs/t a 0,5 mg Zn/L y 3,0 mg Zn/L
- Evaluación blancos de reactivos estimación del límite de detección.
- Implementación de regresión lineal, evaluación de coeficiente de linealidad, comportamiento homocedástico o heterocedástico, prueba de significancia dos colas para evaluar si la correlación lineal lograda es significativa a un nivel de confianza del 95%.

- Evaluación límite de cuantificación LOQ y límite máximo lectura.
- consolidación información y análisis estadístico
- Elaboración de informe

### **Factores a Evaluar**

Para el laboratorio Aliscca S.A, S es muy importante poder garantizar que se dé una evaluación adecuada a una nueva metodología por ello se llevó a cabo las siguientes acciones:

Evaluación de la precisión dentro de cada analista al analizar una misma muestra múltiples veces.

Evaluación del efecto del tiempo sobre la absorbancia de una muestra en una concentración baja y en el límite superior de medición de la regresión lineal.

Dentro de los factores para tener en cuenta se tendrá tiempo del MRC Absorbancia del MRC a 5.0 mg Zn/L y a 3.0 mg Zn/L

### **Atributos a Verificar**

Los atributos de desempeño con base en resultados categóricos fueron:

LOD, LOQ, Robustez Abs vs t. Linealidad, Pruebas a la linealidad, Variables estimables de la regresión lineal (IDL instrumental, LLD, MDL, LOQ instrumental, LOQ método) Incertidumbre de las fuentes disponibles.

### **Evaluación de Atributos Seleccionados**

Se realizaron según el plan LOD, LOQ, Robustez Abs vs t. Linealidad, Pruebas a la linealidad, Variables estimables de la regresión lineal (IDL instrumental, LLD, MDL, LOQ instrumental, LOQ método) Incertidumbre de las fuentes disponibles.

### **Identificación de las Fuentes De Incertidumbre**

Se realizó la identificación y registro de las fuentes de incertidumbre que se adjuntaron al informe de verificación.

### **Registro de datos crudos**

Los resultados de los análisis obtenidos del montaje de los ensayos se registraron en el formato F-F-MA- v1 del 2023-01-14, formato designado para la verificación del método, se codificaron una vez se ejecutada la etapa experimental. Estos datos resultantes de la experimentación fueron consolidados en tablas Excel para el análisis de datos por el experto de calidad del laboratorio.

### **Análisis de datos Experimentales**

El análisis de datos se realizó haciendo uso del software estadístico disponible plantilla Formato Análisis de datos, tendencias o indicadores C-F-GC-301 v1 y se revisó frente a la literatura dispuesta para el análisis de los datos obtenidos según la finalidad planteada.

### Criterios de aceptación del ensayo

Para aceptar los resultados obtenidos se debió verificar que se cumplieran los siguientes criterios de aceptación definidos para este método:

- Coeficiente de correlación mayor o igual al 0.995 o un coeficiente mayor al 0.980 pero con test de significancia con resultado que concluya que existe correlación  $x$  vs  $y$  y significativa con un nivel de confianza del 95 % correlación lineal.
- Comportamiento heterocedástico.
- Límite de detección menor a 1 mg Zn/L.
- Límite de cuantificación menor a 3 mg de Zn/L.
- Regresión lineal que contemple el valor de 3.0 mg Zn/L.
- Valor de Incertidumbre expandida en punto cercano al medio de la regresión lineal menor al 30 % en términos relativos.
- Los resultados que se pueden obtener aplicando este método analítico son de naturaleza netamente matemática los criterios a aplicar se validan frente a estos resultados.

### Cronograma de Actividades Planteado

*Tabla 5 Cronograma de actividades a desarrollar según lo acordado en el anteproyecto generado con la UNAD*

<b>ACTIVIDAD</b>	<b>MES 1</b>	<b>ME S 2</b>	<b>MES 3</b>
<b>ETAPA 1. Actividad a</b> Plan de validación método adaptado Zinc	X		
<b>ETAPA 1. Actividad b</b> Plan de validación método adaptado Zinc.	X		

<b>ETAPA 1. Actividad c</b> Diseño de POE PROCEDIMIENTO ESTANDARIZADO DE ENSAYO.	X
<b>ETAPA 2. Actividad d</b> Barrido espectral para identificar coherencia del punto máximo de absorción banda Zinc-Zincon.	X
<b>ETAPA 2. Actividad e</b> Evaluación de límites de detección instrumentales y de método.	X
<b>ETAPA 2. Actividad f</b> Evaluación de límite de cuantificación del método.	X
<b>ETAPA 2. Actividad h</b> Pruebas de linealidad, correlación lineal y pruebas de significancia de correlación lineal a un nivel de confianza del 95%.	X
<b>ETAPA 2. Actividad i</b> Pruebas de Homocedasticidad de la linealidad.	X
<b>ETAPA 2. Actividad j</b> Concordancia expresada en %.	X
<b>ETAPA 2. Actividad k</b> Sesgo por medio de estimación de error sistemático de materiales de referencia.	X
<b>ETAPA 2. Actividad l</b> Diferencia Relativa Porcentual en %.	X
<b>ETAPA 2. Actividad m</b> Prueba de desempeño de método entre laboratorios	X
<b>ETAPA 2. Actividad n</b> Evaluación de fuentes de incertidumbre del método adaptado.	X
<b>ETAPA 3. Actividad o</b> Tabulación de datos, evaluación de resultados.	X
<b>ETAPA 3. Actividad p</b> Elaboración Informe de Validación con evaluación de aptitud.	X
<b>ETAPA 3. Actividad q</b> Presentación de informe de proyecto.	X

### Formatos

Dentro del sistema de gestión de calidad del laboratorio Aliscca SAS se emplearon los siguientes documentos:

- F-F-MA- V1 2023-01-14
- Formato. Análisis de datos, tendencias o indicadores C-F-GC-301

- Tabla Excel con datos consolidados complementarios.

### **Diseño de Procedimiento Estandarizado de Ensayo**

Para el desarrollo sistémico del ejercicio se planteó realizar un PEE acorde para la metodología de análisis, dado que ayuda a evaluar la efectividad del método de análisis. Se parte de un procedimiento estandarizado el cual debe presentar un enfoque consistente y que además sea reproducible para ser llevado a cabo a través del ensayo. Esto significa que el mismo procedimiento se puede utilizar una y otra vez para obtener resultados comparables y precisos. Además, un procedimiento estandarizado ayuda a garantizar que se estén utilizando las mejores prácticas y que se estén evitando errores o problemas comunes que pueden afectar los resultados. Por lo tanto, se realiza el siguiente procedimiento estandarizado de ensayo el cual se emplea para el desarrollo de este proyecto:

#### **Objetivos**

Documentar e implementar el procedimiento del análisis para determinar Zinc por el método fotométrico del Zincon en agua cruda, tratada y envasada.

#### **Alcance**

Este procedimiento se aplica a los diferentes tipos de muestra de agua cruda, tratada y envasada.

### ***Normalización***

Consultar y aplicar el valor referenciado en la resolución vigente para el agua potable, el agua de piscina o el agua envasada según la naturaleza de la muestra.

### **Descripción general**

#### **Fundamento**

El zinc se usa generalmente en aleaciones (latón, bronce, y aleaciones de fundición), en el hierro galvanizado y en otros metales, también como fungicida. Igualmente es un elemento de crecimiento esencial en la dieta humana. Pero con concentraciones superiores a 5 mg/L, da un sabor amargo al agua y opalescencia al agua alcalina. El zinc puede entrar en las redes de suministro general de agua por el deterioro del hierro galvanizado y el latón.

El Zinc es esencial para el crecimiento de plantas y animales, pero en niveles elevados es tóxico para algunas especies de la vida acuática. La Organización de Alimentos y Agricultura de las Naciones Unidas recomiendan un nivel de Zinc en agua de riego menor a 2 mg Zn/L, concentraciones mayores de 5 mg Zn/L pueden causar un sabor un poco astringente y una característica opalescente en aguas alcalinas.

#### **Principio**

El zinc reacciona con el reactivo zincon hasta formar un complejo de color verde-amarillado a azul en una solución tampón de pH alcalino. Dado que otros metales pueden formar complejos coloreados con zincon, se añade cianuro para formar un complejo con el zinc y

cualquier otro metal pesado presente. Entonces, se añade cyclohexanona para liberar selectivamente el zinc de su complejo de cianuro para que pueda reaccionar con el zincon hasta formar el producto final de color azul. La cantidad de color desarrollada es proporcional a la concentración de zinc presente en la muestra acuosa.

### **Interferencias**

Los siguientes iones pueden interferir a partir de las concentraciones listadas:

<b>Ion</b>	<b>mg/L</b>
Cd	1
Al	5
Mn	5
Fe	7
Fe	9

<b>Ion</b>	<b>mg/L</b>
Cr	10
Ni	20
Cu	20
Co	20
CrO <sub>4</sub>	50

Nota: El método cuenta con un mecanismo para atenuar y minimizar el efecto de los interferentes por la adición del Cianuro de Potasio y la ciclohexanona.

### **Descripción de materiales, equipos y reactivos**

#### **Materiales y equipos**

- Fotómetro Biosystems BTS 350 a una longitud de onda de 620nm. O espectrofotómetro HACH DR 2800. Paso óptico de 1 cm o mayor.
- Aparatos de medición volumétrica con capacidad de medición de 0.5 mL, 10 mL y 20 mL.



### **Reactivos**

- Solución estándar MR o MRC de Zinc 1000 mg Zn/L (Opcional).
- Solución estándar de Zinc 1 mg Zn/L.
- Reactivo de Zincon líquido, preparado o adquirido en Sachet.
- Ciclohexanona grado analítico.
- Cianuro de Potasio 1% m/v **ADVERTENCIA Reactivo Altamente peligroso y mortal si es ingerido.**
- Solución BUFFER pH 9 (NaOH / H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub>).

### **Condiciones ambientales a considerar en la ejecución del método**

El método se debe controlar de:

- Temperaturas altas ya que pueden afectar el confort del analista, generando contaminación y posibles errores en los resultados. Se considera conveniente realizar el análisis entre 20°C y 30°C.
- Cambios en la temperatura pueden alterar la velocidad en que la muestra genere coloración.

### **Condiciones de bioseguridad y bioprotección en la ejecución del método.**

#### **Condiciones de bioseguridad.**

- El Cianuro de Potasio es mortal si se inhala o si se ingieren sus vapores. Se debe gestionar su recolección en recipiente rotulado como **Y33** y su disposición se realiza por almacenamiento en bóveda de seguridad. Este compuesto es nocivo para organismos

acuáticos. Su almacenamiento antes de uso se hace en área resguardada con acceso limitado y con cerradura.

### **Condiciones de bioprotección.**

- Bata de material antilíquido manga larga
- Guantes de nitrilo
- Gafas de protección

### **Criterios de aseguramiento y control de la calidad**

Para el análisis siempre se debe emplear un MR. MRC o Estándar (LFB), se debe analizar un blanco de reactivos, se debe llevar carta de control del método, se debe realizar el análisis por duplicado, se debe analizar una muestra con una adición estándar, para criterios de exactitud y precisión referirse al manual de aseguramiento de la calidad C-MA-GE-07.

**Nota:** Adicionar una concentración de estándar definida a una muestra nos permite conocer el porcentaje de recuperación en la matriz a analizar. La adición estándar busca evaluar posibles efectos de la matriz sobre la capacidad del método para detectar el analito, lo cual también está asociado a la selectividad del método.

<b>Duplicates (Duplicados)</b>
Cuando sea apropiado seleccione aleatoriamente muestras para analizar por duplicado independientemente prepare y analice muestras duplicadas, incluyendo al menos un

duplicado por cada tipo de matriz o con cada lote de 20 muestras o menos. Calcule los límites de control por duplicado cuando los límites del método no se provean.

### Procedimiento

#### Preparación de los patrones:

Preparar una serie de soluciones estándar de 0 mg Zn/L a 5.0 mg Zn/L a partir de una solución madre de 10 mg Zn/L, de la siguiente manera:

- Medir 10 mL de la solución patrón de Zn de 1000 mg Zn/L y diluir a 1000 mL con agua destilada desionizada, la solución resultante tendrá una concentración de **10 mg Zn/L SlnA**. Prepare también una solución de **1 mg Zn /L** tomando 10 mL de slnA y aforando a 100 mL ésta será la **slnB**.
- A partir de esta solución preparar una serie de diluciones de 10 mL con concentraciones de 0 mgZn/L, 0.10 mgZn/L, 0.5 mgZn/L, 1.0 mgZn/L, 1.5 mgZn/L, 2.0 mgZn/L, 3.0 mgZn/L y 5.0 mgZn/L.

A través de la medida de los volúmenes de:

20 mL H<sub>2</sub>O, 2 mL slnB +18 H<sub>2</sub>O, 10mL de slnB + 10 mL H<sub>2</sub>O, 20 mL slnB, 3 mL slnA + 17 mL H<sub>2</sub>O, 4 mL slnA+ 16 mL H<sub>2</sub>O, 6 mL slnA + 14 mL H<sub>2</sub>O, 10 mL slnA+ 10 mL H<sub>2</sub>O.

- Para realizar la lectura en el fotómetro realice el mismo proceso que para una muestra utilizando un blanco de agua destilada.

- Para grabar una nueva curva de calibración para Zinc en el equipo, remitirse al manual del equipo. (Realizar este procedimiento cada vez que uno de los reactivos de desarrollo de color sea cambiado).
- En caso de contar con un MRC, aplicar las diluciones adecuadas conforme a la necesidad.
- No es obligatorio establecer la regresión lineal con 7 puntos, es posible utilizar menos según necesidad, o alcance analítico requerido o según el rango lineal que se definirá conforme a la respuesta de la regresión lineal del instrumento.

### **Ejecución del método**

**Nota:** El orden de la adición de los reactivos no se debe alterar

Llene un envase de plástico con 20 mL de la muestra, hasta la marca y proceda según el caso:

#### **-Con reactivo en sachet:**

Añada 1 paquete de reactivo y mézclelo, usando la cuchara de plástico, hasta que el polvo se disuelva completamente. Vierta 10 mL de la solución del vaso a la celda de fotometría, hasta la marca (la solución es de un color naranja intenso). Utilice esta solución como el cero del instrumento. Añada 0.5 mL de reactivo HI 93731B-0 (o marca comercial utilizada) por medio de una jeringa o instrumento volumétrico equivalente. Cierre la celda con el tapón y mézclelo durante 15 segundos. Espere 3 minutos y 30 segundos. Para que se desarrolle el color y determine el contenido de Zinc por lectura directa en el instrumento, registre el resultado como mg/L de zinc. Tenga en cuenta el factor de dilución para el cálculo y los resultados de los criterios de aseguramiento de validez de los resultados para aprobar el resultado.

**-Con reactivo preparado internamente:**

a 20 mL de muestra adicione 0.5 g de ascorbato de sodio, 5.0 mL de solución buffer, 2.0 mL de solución de KCN y 3 mL de solución de zincon. Tome 20 mL de esta solución a un Erlenmeyer de 50 mL y adicione 1 mL de ciclohexanona el remanente que no fue utilizado durante el proceso, úselo como el blanco del método. A la porción con adición de ciclohexanona, mezcle durante 10 segundos, lea y registre el valor de concentración o de absorbancia y calcule la concentración de Zn en muestra según la regresión lineal establecida en el instrumento. Tenga en cuenta el factor de dilución para el cálculo y los resultados de los criterios de aseguramiento de validez de los resultados para aprobar el resultado. Registre los resultados del análisis en el formato F-F-MA-320

**Procedimiento en el equipo**

Remitirse a los procedimientos de uso de los equipos.

**Cálculos y resultados**

Concentración de Zn (mg Zn/L) = Valor leído en el espectrofotómetro. Utilice corrección del blanco según desempeño del estándar

Tenga en cuenta el factor de dilución en caso de que utilice una.

### **Reporte de resultados**

Reportar el resultado como \_\_\_\_\_ mg Zn/ L.

### **Responsables**

La responsabilidad recae sobre el analista el cual debe seguir la metodología establecida para el análisis.

### **Documentos de referencia**

- Estándar métodos apha awwa wef. 3500 zn b y secciones asociadas.
- Manual de operación espectrofotómetro hach dr 2800

## **Resultados y discusión.**

Partiendo de que la etapa experimental es una parte crucial de la investigación realizada, ya que es en esta fase en la que se llevan a cabo las pruebas y análisis necesarios para obtener los datos y resultados que se utilizarán para respaldar las conclusiones de la investigación; se puede ver cómo gracias a los análisis realizados en el laboratorio Aliscca S.A.S. Se recopilaron datos valiosos y significativos los cuales ayudaron en gran medida al desarrollo de las conclusiones que se mostrarán al final de los documentos, las cuales ayudarán a contribuir al conocimiento existente en el campo de estudio y objeto de la tesis aquí desarrollada.

### **Análisis de Costos de la metodología Zinc**

En toda organización es importante realizar un análisis de costos para un nuevo método de análisis porque proporciona una comprensión clara y detallada de los costos involucrados en la implementación y el mantenimiento del método. Por lo tanto, como un objetivo de este proyecto y como requisito para el laboratorio Aliscca S.A.S está claro que al ser una organización privada los costos para los análisis requieren de un precio mayor, pues bien, dentro del proceso de planeación de análisis se busca el poder tomar decisiones informadas sobre la viabilidad financiera del método y así identificar cuáles son las áreas donde se pueden hacer ajustes para mejorar la eficiencia y reducir los costos.

Por otro lado, el análisis de costos también es importante porque ayuda a determinar el precio adecuado del servicio que se ofertará, puesto que, si se establece un precio demasiado bajo, es posible que no se cubran todos los costos y se obtengan pérdidas o, si, por el contrario, se establece un precio demasiado alto, es posible que no se tenga la suficiente demanda y se

perdida por tanto las oportunidades de ingresos. Así mismo un análisis de costos es esencial para garantizar que se establezca un precio justo y equilibrado para el método de análisis que se implementa en cualquier organización.

Primero se establece inicialmente los requisitos del método a nivel de equipos y se encuentra que se cuenta con los equipos adecuados para ejecutar el método nuevo sin generar compras adicionales de equipos o sobrecargas de estos, por lo que se emplea el comparativo entre el método tradicional y el método que se pretende adaptar. De esto se obtiene al desglosar los equipos necesarios, los reactivos a adquirir y la mano de obra que se implementará. Así se deja por fuera de los costos el uso de la instalación, dado que es de propiedad del laboratorio Aliscca S.A.S y se deja de lado otros costos operativos como la gestión administrativa.:

*Tabla 6 Análisis de Costos Iniciales método clásico inicial*

<b>a). Equipos :</b>						<b>11.666,7</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste	
Espectrofotometro HACH DR 2800	Hora	7.500,0	1,0	90%	8.333,3	
Trasferpetter tipo S	Hora	3.000,0	1	90%	3.333,3	
<b>b).Reactivos :</b>						<b>2.726.287,8</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste	
Ciclohexanona RA	L	341.530,0	1,0	90%	379.477,8	
Zincon monosodium salt	Kg	576.810,0	1	100%	576.810,0	
Cianuro de potasio RA 97 %	Kg	966.000,0	1	100%	966.000,0	
Agua Grado Laboratorio	L	4.000,0	1	100%	4.000,0	
Material de referencia certificado de 1000 mg Zn/L	L	800.000,0	1	100%	800.000,0	
<b>c). Mano de Obra :</b>						<b>83.333,3</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste	
Analista de area FQ	Hora	37.500,0	2,0	90%	83.333,3	

Nota: UM es unidad de medida. Elaboración Propia



Si se adquiere los insumos necesarios para determinar el zinc por el método tradicional, podemos ver cómo los costos totales son de **\$2'821.287** pesos colombianos, pero este sería el caso si se aprovechara el 100 % de la eficiencia de los insumos (gastarlos antes de fecha de vencimiento). Por lo tanto, para el costo debemos estipular una eficiencia en los reactivos de apenas el 50 % pues es probable que el insumo se pueda vencer antes de gastarlos debido a que los volúmenes que se emplean son pequeños; es por este motivo tendríamos los siguientes costos:

*Tabla 7 Análisis de Costos Iniciales método clásico eficiencia del 50%*

<b>a). Equipos :</b>					<b>11.666,7</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
Espectrofotometro HACH DR 2800	Hora	7.500,0	1,0	90%	8.333,3
Trasferpetter tipo S	Hora	3.000,0	1	90%	3.333,3
<b>b).Reactivos :</b>					<b>5.372.680,0</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
Ciclohexanona RA	L	341.530,0	1,0	50%	683.060,0
Material de referencia certificado de 1000 mg Zn/L	L	800.000,0	1	50%	1.600.000,0
Agua Grado Laboratorio	L	4.000,0	1	100%	4.000,0
Zincon monosodium salt	Kg	576.810,0	1	50%	1.153.620,0
Cianuro de potasio RA 97 %	Kg	966.000,0	1	50%	1.932.000,0
<b>c). Mano de Obra :</b>					<b>83.333,3</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
Analista de area FQ	Hora	37.500,0	2,0	90%	83.333,3

Nota: UM es unidad de medida. Elaboración Propia

Esto nos da un costo total entre los costos totales de **\$5'467.680** pesos colombianos siendo ésta una inversión importante de sostener.

Por otro lado, cuando realizamos la comparación de los costos en relación con la metodología que queremos implementar obtenemos:

Tabla 8 Análisis de Costos Iniciales Nuevo método a aplicar

<b>a). Equipos :</b>					<b>11.666,7</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
Espectrofotometro HACH DR 2800	Hora	7.500,0	1,0	90%	8.333,3
Trasferpetter tipo S	Hora	3.000,0	1	90%	3.333,3
<b>b).Reactivos :</b>					<b>1.234.000,0</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
TEST KIT ZINC 0-3.0mg/L (100 TEST)	Unidad	430.000,0	1,0	100%	430.000,0
Material de referencia certificado de 1000 mg Zn/L	L	800.000,0	1	100%	800.000,0
Agua Grado Laboratorio	L	4.000,0	1	100%	4.000,0
<b>c). Mano de Obra :</b>					<b>83.333,3</b>
Concepto	UM	Coste UM	Consumo Unidad	% Eficiencia	Total Coste
Analista de area FQ	Hora	37.500,0	2,0	90%	83.333,3

Nota: UM es unidad de medida. Elaboración Propia

Para este caso de la metodología nueva vemos que los costos son menores dado que el test kit de Zinc contiene los reactivos para poder analizar 100 ensayos y esto con un costo total \$1'399.000 pesos colombianos resaltando una eficiencia del 100% ya que se usaría las pruebas antes de su fecha de vencimiento. Sí procedemos a realizar un comparativo donde esta metodología es de \$1'422.287 pesos colombianos más bajo en relación con el método clásico (con eficiencia del 100%) o de \$4'068.680 pesos colombianos para una eficiencia del 50 % esto implica una reducción de costos del 49% para el primer escenario o del 74,4% para el segundo escenario y teniendo en cuenta que la metodología quizás presente sólo un porcentaje pequeño de ventas durante el año, puede tenerse en cuenta al momento. Al hacer un análisis individual encontramos que, con el método propuesto, el costo de análisis por prueba es de \$13.900 pesos colombiano, lo que surge como producto al dividir estos gastos por las 100 pruebas que trae el

kit; mientras que para el método tradicional se debe tener en cuenta factores como la preparación de los reactivos y los gastos adicionales de agua destilada.

### **Evaluación de balance de residuos generados**

Dado que el método emplea compuestos químicos peligrosos realizar un balance de residuos generados es un proceso importante para comprender la cantidad y el tipo de residuos que se generan con la ejecución del método frente al método tradicional, y para implementar medidas adecuadas de gestión de residuos.

Primero se procedió a identificar y a clasificar los residuos ya que es muy importante determinar inicialmente cuál es el componente más tóxico de estos para realizar una correcta gestión de residuos. Luego se identificó que los residuos generados se dan a partir del Cianuro cuya clasificación normativa es Y33, de allí que se parta del cianuro como un compuesto químico que se utiliza generalmente en la industria textil como agente de limpieza y blanqueamiento. El uso de este compuesto puede generar residuos de cianuro que son altamente tóxicos y peligrosos para el medio ambiente y la salud humana por ello los desechos de cianuro Y33 (según clasificación normativa) deben ser manejados con mucho cuidado y tratados adecuadamente para minimizar su impacto ambiental y proteger la salud pública.

Algunas opciones para el manejo de los desechos de cianuro Y33 son:

- Tratamiento con hipoclorito de sodio: El hipoclorito de sodio es un agente oxidante que puede descomponer el cianuro en sustancias menos tóxicas, como el cianato. Este tratamiento se realiza generalmente en una planta de tratamiento de

aguas residuales o en un centro especializado de tratamiento de residuos peligrosos.

- Precipitación con sales de hierro: La precipitación con sales de hierro, como el sulfato ferroso o el cloruro férrico, puede convertir el cianuro en un sólido insoluble, que se puede separar del agua y desechar en un vertedero especializado de residuos peligrosos.
- Procesos de oxidación avanzada: Los procesos de oxidación avanzada, como la fotólisis y la oxidación electroquímica, pueden degradar el cianuro en compuestos menos tóxicos o completamente inertes. Estos procesos son más costosos y complejos que los métodos de tratamiento anteriormente mencionados.

Por ello el laboratorio establece un contrato con una empresa de recolección de residuos peligrosos llamada EMDEPSA la cual cumple con todas las normas y regulaciones locales, nacionales e internacionales para el manejo de residuos peligrosos.

### ***Cantidad de residuos generados***

Primero es importante tener en cuenta que en el laboratorio Aliscca S.A.S consideran desechos químicos a restos de sustancias químicas y sus empaques o cualquier otro residuo contaminado con estos, los cuales, dependiendo de su concentración y tiempo de exposición tienen el potencial para causar la muerte, lesiones graves o efectos adversos a la salud y el medio ambiente. (Unalmed, 2007)

Los residuos o desechos químicos se subclasifican en metales pesados los cuales son objetos, elementos o restos de estos en desuso, contaminados o que contengan metales pesados como: Plomo, Cromo, Cadmio, Antimonio, Bario, Níquel, Estaño, Vanadio, Zinc, Mercurio, entre

otros. Donde se le da como disposición en primera medida mediante almacenamiento en recipientes plásticos con cierre hermético. Este recipiente debe ser rotulado de acuerdo con el tipo de residuo de metal que contiene, su ubicación es la zona señalizada y establecida para el almacenamiento de residuos químicos. La frecuencia de recolección es una vez al mes por la entidad prestadora de servicios EMDEPSA y llevadas a celda de disposición final, sin embargo, el tipo de residuos se envía de acuerdo con la tasa de generación del laboratorio de fisicoquímico.

De acuerdo con lo anterior se procede a la realización de un balance teórico del método tradicional frente al método a implementar, de este modo se sigue la evaluación de los desechos que se desprenden de cada uno de los métodos y a partir de allí se observan las implicaciones que están asociadas a su gestión. Así bien se obtiene el siguiente balance:

*Tabla 9 Balance Global de Desechos que se generan en el Método tradicional y en el Método a implementar*

METODO DE ANALISIS	REACTIVOS ASOCIADOS AL METODO Y POTENCIAL DESECHO	PREPARACION DEL REACTIVO EN g	VOLUMEN PREPARADO en mL	CANTIDAD UTILIZADA EN EL ANALISIS en mL	CANTIDAD UTILIZADA EN EL ANALISIS BKD-GTD-MX en mL	CALCULO CANTIDAD DE REACTIVO POR ENSAYO en g	AGUA HBKZ EN mL	AGUA +STD mL	AGUA EN MX mL	SALIDA POR MXT	CAPACIDAD POR ENVASE DE ALMACENAMIENTO l	DESECHO MAXIMO DE CADA REACTIVO POR EMPAQUE LLENO	PORCENTAJE DE CADA DESECHO POR EMPAQUE	TOTAL DE DESECHOS EN mL	PELIGROSIDAD DEL DESECHO
Determinación de Zinc Metodo 3500-Zn B. Zincon Method (Clásico)	Agua grado Laboratorio	100,0	100,0	14,0	42,0	14,0	50,0	50,0	50,0	164,0	12,4	2039,6	68,0	241,2	DESECHO CLASIFICADO COMO Y33
	Potassium cyanide solution	1,0	50,0	2,0	6,0	0,2				0,2	12,4	3,0	0,1		
	Buffer solution pH 9.0	1000,0	1000,0	5,0	15,0	75,0				75,0	12,4	932,7	31,1		
	Zincon reagen	0,1	100,0	3,0	9,0	0,003				0,003	12,4	0,0	0,0		
	Cyclohexanone	1000,0	1000,0	1,0	3,0	0,3				0,3	12,4	3,7	0,1		
	Hydrochloric acid	1000,0	1000,0	2,0	6,0	1,2				1,2	12,4	14,9	0,5		
	Sodium hydroxide	40,0	1000,0	2,0	6,0	0,5				0,5	12,4	6,0	0,2		
Determinación de Zinc Metodo 3500-Zn B. Zincon Method Metodo Nuevo	Agua grado Laboratorio	20,0	20,0	20,0	60,0	10,0	20,0	20,0	20,0	70,0	12,4	870,6	29,0	71,2	DESECHO CLASIFICADO COMO Y33
	Potassium cyanide solution + Zincon reagen	0,4	0,4	0,4	1,2	0,4				0,4	12,4	5,0	0,2		
	Cyclohexanone	50,0	50,0	0,5	1,5	0,1				0,1	12,4	0,9	0,0		
	Desechos sólidos de Empaques de sachets	0,69	20,0	0,69	2,07	0,69				0,7	12,4	8,6	0,3		

Nota. Elaboración propia

Se segmenta esta tabla para obtener una mejor comprensión sobre su contenido y así analizar el balance, por lo tanto, se procede a continuación a analizar esta tabla desde dos segmentos.

*Tabla 10 Primer segmento de Balance Global de Desechos que se generan Método tradicional vs Método a implementar*

METODO DE ANÁLISIS	REACTIVOS ASOCIADOS AL METODO Y POTENCIAL DESECHO	PREPARACION DEL REACTIVO EN g	VOLUMEN PREPARADO en mL	CANTIDAD UTILIZADA EN EL ANÁLISIS en mL	CANTIDAD UTILIZADA EN EL ANÁLISIS BKO+STD+MX en mL	CALCULO CANTIDAD DE REACTIVO POR ENSAYO en g
Determinación de Zinc Metodo 3500-Zn B. Zincon Method (Clasico)	Agua grado Laboratorio	100,0	100,0	14,0	42,0	14,0
	Potassium cyanide solution	1,0	50,0	2,0	6,0	0,2
	Buffer solution pH 9.0	1000,0	1000,0	5,0	15,0	75,0
	Zincon reagen	0,1	100,0	3,0	9,0	0,003
	Cyclohexanone	1000,0	1000,0	1,0	3,0	0,3
	Hydrochloric acid	1000,0	1000,0	2,0	6,0	1,2
	Sodium hydroxide	40,0	1000,0	2,0	6,0	0,5
Determinación de Zinc Metodo 3500-Zn B. Zincon Method Metodo Nuevo	Agua grado Laboratorio	20,0	20,0	20,0	60,0	10,0
	Potassium cyanide solution + Zincon reagen	0,4	0,4	0,4	1,2	0,4
	Cyclohexanone	50,0	50,0	0,5	1,5	0,1
	Desechos solidos de Empaques de sachets	0,69	20,0	0,69	2,07	0,69

Nota. Elaboración propia

Como evidenciamos en este primer segmento se realiza inicialmente un alistamiento de los insumos requeridos para su respectiva balanza, en donde se identifican las cantidades iniciales que dan como resultado preparación de volúmenes; de allí se da inicio al análisis. Podemos apreciar que en caso de la nueva metodología vemos integrados dos reactivos en uno

solo que es el Cianuro de Potasio con el Zincon, dándole un manejo más fácil a este peligroso reactivo que genera graves efectos sobre el medio ambiente y la salud del analista por mal manejo. Comparamos siete insumos del método tradicional frente cuatro insumos del método clásico y encontramos los siguientes desechos generados:

*Tabla 11 Segundo segmento de balance global de desechos que se generan: Método tradicional vs Método a implementar*

AGUA +BKO EN mL	AGUA +STD mL	AGUA EN MX mL	SALIDA POR MXT	CAPACIDAD POR ENVASE DE ALMACENAMIENTO 3 L	DESECHO MAXIMO DE CADA REACTIVO POR EMPAQUE LLENO	PORCENTAJE DE CADA DESECHO POR EMPAQUE	TOTAL DE DESECHOS EN mL	PELIGROSIDAD DEL DESECHO
50,0	50,0	50,0	164,0	12,4	2039,6	68,0	241,2	DESECHO CLASIFICADO COMO Y33
			0,2	12,4	3,0	0,1		
			75,0	12,4	932,7	31,1		
			0,003	12,4	0,0	0,0		
			0,3	12,4	3,7	0,1		
			1,2	12,4	14,9	0,5		
			0,5	12,4	6,0	0,2		
20,0	20,0	20,0	70,0	12,4	870,6	29,0	71,2	DESECHO CLASIFICADO COMO Y33
			0,4	12,4	5,0	0,2		
			0,1	12,4	0,9	0,0		
			0,7	12,4	8,6	0,3		

En este segundo segmento señalamos cambios que son significativos en la generación de desechos, donde gracias al análisis de muestra por el método tradicional se genera 241,2 g de desecho solo teniendo en cuenta un blanco de análisis, un estándar preparado a partir de un material de referencia y una sola muestra (sin duplicado); mientras que, por otro lado, nos encontramos con el método a implementar, el cual cuenta con una generación de sólo 71.2 g de

desechos para el mismo número de análisis, esto implica una diferencia de casi el 71% siendo este un gran beneficio para la organización ya que dentro de estos desechos también están contenidos los desechos sólidos que se dan por el sobre vacío.

Por otro lado, el otro panorama para tener en cuenta es que en el método clásico los volúmenes preparados de los reactivos si no poseen buena rotación las preparaciones totales pueden terminar como un desecho generando un mayor volumen en la producción de desechos por ello podemos evidenciar que el método propuesto impacta positivamente al laboratorio Aliscca S.A.S según su plan de gestión de desechos.

### **Barrido Espectral / Estabilidad de la Banda.**

Partiendo de que un barrido espectral es una técnica utilizada en ciencias como la química, la física y la astronomía para analizar la composición de una muestra o sustancia. Se trata de una técnica que permite descomponer la luz o la radiación electromagnética emitida o absorbida por una sustancia en sus componentes espectrales, lo que permite identificar los elementos o compuestos presentes en ella.

Para el barrido espectral se determinó que no es necesario, pues bien, partiendo de que el método del estándar métodos del cual se va a tomar como referente tiene el punto de absorción estandarizado par el analito de estudio (zinc) a una longitud de onda de 620 nm por lo tanto el alterar el punto de lectura de la banda sería el equivalente a salirse al a método de referencia por lo tanto se considera que este barrido no se necesita y se toma el punto de medición 620 nm

Como un complemento de este punto se procede a realizar una lectura de estabilidad de la banda a 620 nm dado que se concluyó la no necesidad de barrido espectral para este método, se realiza lecturas de material de referencia preparado a dos concentraciones elegidas dentro del



rango de lectura del método pensado en el límite normativo del mismo que fueron de 0.5 mg Zn/L y 3.0 mg Zn/L con lecturas cada 30 segundos a una longitud de onda de 620 nm con un paso óptico de 1 pulgada obteniendo los siguientes resultados:

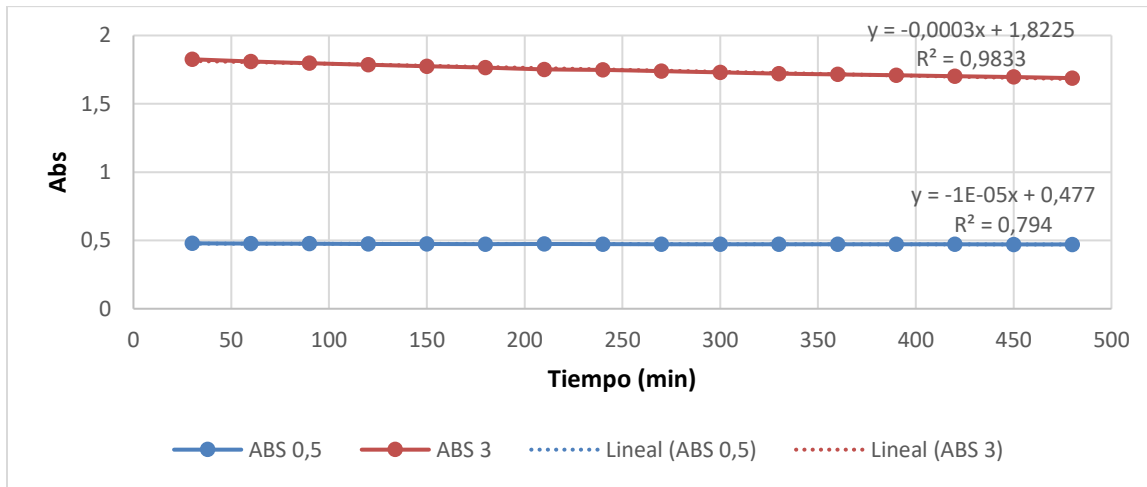
*Tabla 12 Robustes de la banda de lectura a 620 nm frente al tiempo*

<b>MRC Zn</b>	<b>0,5 mg Zn/L</b>	<b>3,0 mg Zn/L</b>
<b>Tiempo en segundos</b>	<b>ABS 0,5</b>	<b>ABS 3</b>
<b>30</b>	0,479	1,826
<b>60</b>	0,477	1,81
<b>90</b>	0,476	1,797
<b>120</b>	0,474	1,786
<b>150</b>	0,474	1,775
<b>180</b>	0,473	1,765
<b>210</b>	0,474	1,752
<b>240</b>	0,473	1,748
<b>270</b>	0,472	1,739
<b>300</b>	0,472	1,73
<b>330</b>	0,472	1,721
<b>360</b>	0,472	1,715
<b>390</b>	0,472	1,709
<b>420</b>	0,472	1,702
<b>450</b>	0,471	1,696
<b>480</b>	0,471	1,688

Nota: Elaboración Propia.

Posterior a ello se grafican los valores obtenidos de los patrones analizados con el fin de ver la estabilidad de la banda en el espectrómetro para evaluar la tasa de cambio de Abs/tiempo (s) donde al graficar obtenemos:

Ilustración 1 Gráfico de Absorbancia vs Tiempo (s) de soluciones STD de 0.5 mg de Zn/ y 3.0 mg Zn/L



Nota: Elaboración propia

Graficando los datos obtenidos podemos evidenciar un cambio mínimo pero constante de la absorbancia con el tiempo como se evidencia a continuación.

Tabla 13 Evaluación estabilidad MRC 0.5 mg Zn/L a través del tiempo (s).

MRC Zn	0,5 mg Zn/L				PENDIENTE	ORDENADA
Tiempo	ABS 0,5	Concentracion	Cambio de Concentracion			
30	0,479	0,7172	-0,0032	0,0032	0,000001	0,47695
60	0,477	0,7139	-0,0016	0,0016	0,00000	0,00055
90	0,476	0,7123	-0,0032	0,0032	0,79398	0,00106
120	0,474	0,7091	0,0000	0,0000	53,95515	14,00000
150	0,474	0,7091	-0,0016	0,0016	0,00006	0,00002
180	0,473	0,7074	0,0016	0,0016		
210	0,474	0,7091	-0,0016	0,0016		
240	0,473	0,7074	-0,0016	0,0016	promedio	0,0011
270	0,472	0,7058	0,0000	0,0000		
300	0,472	0,7058	0,0000	0,0000	mg Zn/L / s	0,000036
330	0,472	0,7058	0,0000	0,0000		
360	0,472	0,7058	0,0000	0,0000		
390	0,472	0,7058	0,0000	0,0000		
420	0,472	0,7058	-0,0016	0,0016		
450	0,471	0,7042	0,0000	0,0000		
480	0,471	0,7042				

Nota: Elaboración Propia.

Tabla 14 Evaluación estabilidad MRC 3.0 mg Zn/L a través del tiempo (s).

MRC Zn	3,0 mg Zn/L				PENDIENTE	ORDENADA
Tiempo	ABS 3	Concentración	Cambio de Concentración		-0,00029	1,82250
30	1,826	2,90517	-0,02599	0,0260	0,00001	0,00298
60	1,810	2,87918	-0,02112	0,0211	0,98327	0,00568
90	1,797	2,85806	-0,01787	0,0179	822,68451	14,00000
120	1,786	2,84020	-0,01787	0,0179	0,02651	0,00045
150	1,775	2,82233	-0,01624	0,0162		
180	1,765	2,80609	-0,02112	0,0211		
210	1,752	2,78497	-0,00650	0,0065	promedio	
240	1,748	2,77847	-0,01462	0,0146	por cada 30	0,0149
270	1,739	2,76385	-0,01462	0,0146		
300	1,730	2,74923	-0,01462	0,0146	mg Zn/L / s	0,00049813
330	1,721	2,73461	-0,00975	0,0097		
360	1,715	2,72487	-0,00975	0,0097		
390	1,709	2,71512	-0,01137	0,0114		
420	1,702	2,70375	-0,00975	0,0097		
450	1,696	2,69401	-0,01299	0,0130		
480	1,688	2,68101				

Nota: Elaboración Propia.

Como podemos apreciar en los datos obtenidos podemos inferir que la banda presenta un decrecimiento en la absorbancia conforme avanza el tiempo. A mayor concentración más se agudiza este fenómeno. Para el máximo valor de lectura de la regresión alcanza una tasa de decrecimiento de 0,00029 Abs/seg.

También apreciamos que la tasa de decrecimiento de banda en el punto donde más ocurre este fenómeno es de 0,0004981 mg Zn/L por segundo. En un análisis normal entre poner una y otra muestra en la celda puede tomar alrededor de 15 segundos, se define una variación para 20 segundos. La cual sería de 0,0004981 mg Zn/L / s \*15 Segundos lo que daría una variación atribuida a tiempo posible entre cambio de muestra en celda de 0,00996 aproximadamente 0,01 mg Zn/L.

## **Evaluación de límites de detección instrumentales y del método**

Partiendo de lo importante que es determinar el límite de detección de un método analítico ya que esto demuestra la cantidad más baja de un analito que se puede detectar y cuantificar con precisión y dado que este límite es fundamental para asegurar la validez y la fiabilidad de los resultados analíticos obtenidos; puesto que si el límite de detección es demasiado alto, puede haber una mayor probabilidad de errores en la identificación y cuantificación de la muestra, lo que podría llevar a errores en los resultados que reporte el laboratorio Aliscca S.A.S en torno a los valores de zinc y por otro lado, si el límite de detección es demasiado bajo, puede llevar a la detección de niveles de analitos que no tienen importancia de monitoreo lo que podría llevar a un gasto innecesario de recursos y tiempo en análisis adicionales para concentrar la muestra hasta un nivel de cuantificación adecuada. En consecuencia, el límite de detección para el caso de este proyecto tiene mucha relevancia dado que ayuda a establecer los criterios de calidad y confiabilidad del método analítico de zinc ante una venta de este servicio de análisis por parte de laboratorio Aliscca S.A.S.

Es por ello que se procedió a determinar este límite de detección para ello los cálculos realizados se hacen tomados fiel al desarrollo matemático del libro Estadística para química analítica de J.C Miller y J.N Miller capítulo 3,9 comparación de Varias Medias, Valores F tomados del mismo libro tabla A-2 ejercicio realizado entre dos analistas en este caso en tesis y el director técnico del laboratorio Aliscca S.A.S donde se busca comprobar variación en los promedios de los analistas mediante una prueba F, con un nivel de confianza de 95 % Y N-1 grados de libertad.

### Comportamiento del blanco y límite de detección.

Tabla 15 Resultados de análisis de blancos

Elementos Independientes	NOMBRE VARIABLE NUMERO DE REPETICION BKO EN mg Zn/L	1	2	3	4	5	6	7
1	RRS	0,05	0,05	0,05	0,03	0,04	0,04	0,04
2	OAV	0,04	0,03	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05
	MAX VARIABLES	2	GRADOS DE LIBERTAD			1		
	MAX REPETICIONES	7	GRADOS DE LIBERTAD			6		

Nota: elaboración propia \* RRS Ricardo Ramírez Sánchez \*\*Omar Andrés Valencia.

Con estos datos obtenidos inicialmente nos permiten el cálculo de las siguientes variaciones dentro y entre analistas:

Tabla 16 Resultados de análisis de blancos segundo segmento

PROMEDIO	DESVIACION ESTANDAR	sigma sub cero cuadrado (varianza dentro de cada mxtra)	Variacion dentro	Variacion Entre
0,0429	0,0076	0,0001	0,0000000	0,00000
0,0429	0,0076	0,0001	0,0000000	0,00000

promedio general (media global)	0,0429			suma
Sigma subcero por grados de libertad	24	Variacion Dentro de Variables	2,00000	0,00000
		grados de libertad	12,000000	0,000000

Nota: Elaboración propia.

Se hará la estimación de la varianza entre muestras ( $\sigma_0^2$ ) que se refiere a la medida de la variación de los valores medios de diferentes muestras de una población. En otras palabras, se trata de una medida de la variabilidad de las medias de las muestras tomadas de la población y en este caso lo aplicaremos para los blancos lo hacemos dado que la estimación de la varianza entre muestras ( $\sigma_0^2$ ) se calcula a partir de las medias de las muestras individuales y la media total de todas las muestras. Se utilizará la siguiente fórmula:

*Ecuación 1 estimación de la varianza entre muestras*

$$\sigma_0^2 = \frac{\sum (X - \bar{X})^2}{n - 1}$$

Donde X es la media de cada muestra, Xbar es la media total de todas las muestras y n es el tamaño de cada muestra.

*Tabla 17 Resultados de estimación de la varianza entre muestras*

estimación dentro de las muestras de $\sigma_0^2 = \frac{\sum \sum (x_{ij} - \bar{x}_i)^2}{h(n-1)}$							
				sigma subzero			
CUADRADO MEDIO DENTRO DE VARIABLES				2	con:	12	grados de libertad
SUMA DE TERMINOS CUADRATICOS						24	
				sigma subzero			
CUADRADO MEDIO ENTRE VARIABLES				0	con:	1	grados de libertad
<i>F calculado</i>	1	,	12	=		0,0	

La estimación de la varianza entre muestras es importante en la inferencia estadística, ya que permite estimar la varianza de la población a partir de las muestras y realizar inferencias

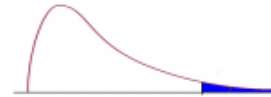
precisas sobre las características de la población. También se utiliza en la realización de pruebas de hipótesis y en la construcción de intervalos de confianza por lo tanto establecemos la siguiente hipótesis:

<b>HIPÓTESIS NULA</b>	Existen variaciones significativas entre las medias muestrales	<b>CALIFICADOR:</b> SI F CALCULADO < F TABLA NO DESCARTA H <sub>0</sub> SI F CALCULADO > F TABLA DESCARTA H <sub>0</sub>
<b>HIPÓTESIS ALTERNATIVA</b>	No existen variaciones significativas entre las medias muestrales	

Ilustración 2 Tabla de distribución F para 0.05 (Tabla de distribución F para 0.05, s. f.)

**Distribución F 0.05**

En las columnas se encuentran los valores F que corresponden al área 0.05 a la derecha  
 En las columnas se encuentran los grados de libertad del numerador  
 En los renglones se encuentran los grados de libertad del denominador.



	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	15	20	24	30	40	60	120
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.0	236.8	238.9	240.5	241.9	243.0	243.9	245.9	248.0	249.1	250.1	251.1	252.2	253.3
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.33	19.35	19.37	19.38	19.40	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.47	19.48	19.49
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.94	8.89	8.85	8.81	8.79	8.76	8.74	8.70	8.66	8.64	8.62	8.59	8.57	8.55
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.16	6.09	6.04	6.00	5.96	5.94	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.95	4.88	4.82	4.77	4.74	4.70	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.28	4.21	4.15	4.10	4.06	4.03	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.87	3.79	3.73	3.68	3.64	3.60	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.58	3.50	3.44	3.39	3.35	3.31	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.37	3.29	3.23	3.18	3.14	3.10	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.83	2.79	2.75
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.22	3.14	3.07	3.02	2.98	2.94	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.09	3.01	2.95	2.90	2.85	2.82	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.53	2.49	2.45
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	3.00	2.91	2.85	2.80	2.75	2.72	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.92	2.83	2.77	2.71	2.67	2.63	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.34	2.30	2.25
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.85	2.76	2.70	2.65	2.60	2.57	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.27	2.22	2.18
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.79	2.71	2.64	2.59	2.54	2.51	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.74	2.66	2.59	2.54	2.49	2.46	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.15	2.11	2.06
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.70	2.61	2.55	2.49	2.45	2.41	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	2.10	2.06	2.01
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.66	2.58	2.51	2.46	2.41	2.37	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	2.06	2.02	1.97
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.63	2.54	2.48	2.42	2.38	2.34	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	2.03	1.98	1.93
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.60	2.51	2.45	2.39	2.35	2.31	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.57	2.49	2.42	2.37	2.32	2.28	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.96	1.92	1.87
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.55	2.46	2.40	2.34	2.30	2.26	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.53	2.44	2.37	2.32	2.27	2.24	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.91	1.86	1.81
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.51	2.42	2.36	2.30	2.25	2.22	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.49	2.40	2.34	2.28	2.24	2.20	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.87	1.82	1.77
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.47	2.39	2.32	2.27	2.22	2.18	2.15	2.07	1.99	1.95	1.90	1.85	1.80	1.75
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.46	2.37	2.31	2.25	2.20	2.17	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.84	1.79	1.73
28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.45	2.36	2.29	2.24	2.19	2.15	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.82	1.77	1.71
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.43	2.35	2.28	2.22	2.18	2.14	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.81	1.75	1.70
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.42	2.33	2.27	2.21	2.16	2.13	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.34	2.25	2.18	2.12	2.08	2.04	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.25	2.17	2.10	2.04	1.99	1.95	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.18	2.09	2.02	1.96	1.91	1.87	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.50	1.43	1.35

Para calcular el valor F en excel, se utiliza la función de la distribución F inversa  
**=distr.f.inv(0.05; gl num; gl den)**

Encontramos al emplearla que primero resultado a diferencia entre las variaciones dentro / entre (valores sigma subzero) no debería ser muy grande.

<i>F</i> tablas	<b>4,747</b>	Tomado de tablas, <b>v1 grados de libertad variables</b> , <b>v2 grados libertad dentro de variables</b>
ho		Existen variaciones significativas entre las medias muestrales
hi		No existen variaciones significativas entre las medias muestrales
Estimacion por medio de una prueba F de una cola y n -1 grado de libertad con un nivel de significancia (P-0,05)		
Si F calculado > F tablas Se rechaza ho, existen diferencias significativas		
Si F calculado < F tablas No se rechaza ho, no se evidencian diferencias significativas		

<b>X</b>	<b>0,0425</b>
<b>desviacion Sb</b>	<b>0,0075</b>
<b>MDLb = X + 3.14Sb</b>	
<b>MDIb=</b>	<b>0,0662</b>

El límite de detección del método es de 0.066 mg Zn/L

El valor del LOD(b) Limite de Detección basado en Blancos del método es: 0.066 mg Zn/L.

Instrument Detection Level (IDL):

*Ecuación 2 Instrument Detection Level (IDL)*

$$IDL = \frac{3 * S_{y/x}}{\text{pendiente}}$$

$S_{y/x}$  = Desviación estándar de los residuos =

*Ecuación 3 Desviación estándar de los residuos*

$$S_{y/x} = \sqrt{\frac{\sum y^2 - b\sum y - a\sum xy}{n - 2}}$$



Lower Level of Detection (LLD) =

*Ecuación 4 Lower Level of Detection (LLD)*

$$IDL * 2$$

Method Detection Level (MDL) =

*Ecuación 5 Method Detection Level (MDL)*

$$IDL * 4$$

<b>LIMITE DE DETECCION LOD</b>	
FORMULA DEDUCIDA	
IDL ins=	0,41237281
LLD=	0,82474563
MDL=	1,64949125
LOQ= LEVEL OF QUANTITATION	

### **Evaluación de límite de cuantificación del método y Evaluación del valor máximo de cuantificación del método**

Dado que el límite de cuantificación (LOQ) de un método analítico es la cantidad más baja de analito que puede ser detectada y cuantificada con precisión y exactitud (Miller, J. N., & Miller, J. C. 2002). Por lo tanto es importante determinar el LOQ de un método analítico ya que establece la sensibilidad del método y, por lo tanto, su capacidad para medir con precisión las concentraciones bajas de analito en una muestra puesto que si el LOQ es demasiado alto, el método no será adecuado para la detección de bajos niveles de analito como es este caso donde

existen unos niveles normativos de zinc ya definidos y por otro lado, si el LOQ es demasiado bajo, puede aumentar el riesgo de error debido a la detección de niveles de analito por debajo del límite de detección, lo que puede llevar a errores en la interpretación de los resultados por ello puede ser crítico en poder determinarlo adecuadamente.

A su vez el establecer un LOQ adecuado es esencial para garantizar la validez y la precisión de los resultados analíticos bajo los criterios de calidad del laboratorio Aliscca S.A.S de por lo menos 10 veces por debajo del límite máximo normativo para ello se realiza a partir de los datos obtenidos en la tabla 9 y con base esta regresión lineal se emplea la formulas:

Level Of Quantitation Instrumental (LOQ):

*Ecuación 6 Level Of Quantitation Instrumental (LOQ)*

$$LOQ \text{ ins} = \frac{10 * Sy/x}{pendiente}$$

Level Of Quantitation METHOD (LOQ):

**LOQ ins=**

*Ecuación 7 Level Of Quantitation METHOD (LOQ)*

**IDL \* 10**

Al aplicarlas obtenemos que:

LIMITE DE CUANTIFICACION LOQ	
FORMULA DEDUCIDA	
LOQ ins=	1,37457604
LOQ met=	4,12372813
IDL= INSTRUMENT DETECTION LEVEL	
LLD= LOWER LEVEL OF DETECTION	
MDL=METHOD DETECTION LEVEL	

Es importante resaltar este análisis teórico, pero en la dinámica de laboratorio es más importante llegar un límite de detección y un límite de cuantificación experimental, o sea que se pueda demostrar el análisis de estos puntos ante cualquier otro laboratorio de análisis para brindar veracidad, reproducibilidad y confianza en los resultados que se suministran a un cliente.

**Pruebas de linealidad, correlación lineal y pruebas de significancia de correlación lineal a un nivel de confianza del 95%.**

Para el desarrollo de esta fase analítica se implementó una regresión lineal de 7 puntos donde se procedió a preparar patrones a partir de un material de referencia certificado Certipure de 1000 mg Zn/L en donde se utilizaron concentraciones de Zinc de 0 mg Zn/L, 0.1 mg Zn/L, 0.5 mg Zn/L, 1.0 mg Zn/L, 1.5 mg Zn/L, 2.0 mg Zn/L, y 3.0 mg Zn/L. se obtuvieron los siguientes resultados:

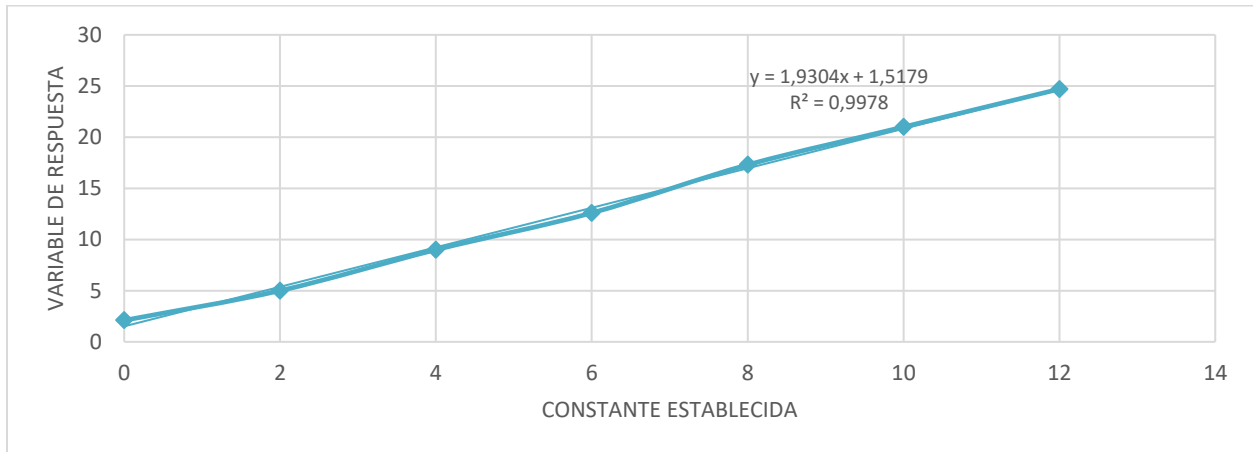
*Tabla 18 Características de la regresión lineal del método de Zn*

	CONSTANTE	VARIABLE							
	CONCEN	ABS-mv-% Tramt-etc							
	X	X <sup>2</sup>	Y <sub>i</sub>	Y <sup>2</sup>	Y GORRITO	Y <sub>i</sub> -YGORRITO	(Y <sub>i</sub> -YGORRITO) <sup>2</sup>	Xi-Xmed	(xi-xmed) <sup>2</sup>
	0	0	-0,002	0,000004	0,04	-0,04	0,00	-1,15714286	1,33897959
	0,1	0,01	0,032	0,001024	0,10	-0,07	0,00	-1,05714286	1,11755102
	0,5	0,25	0,343	0,117649	0,35	0,00	0,00	-0,65714286	0,43183673
	1	1	0,712	0,506944	0,65	0,06	0,00	-0,15714286	0,02469388
	1,5	2,25	1,036	1,073296	0,96	0,08	0,01	0,34285714	0,11755102
	2	4	1,357	1,841449	1,27	0,09	0,01	0,84285714	0,71040816
	3	9	1,771	3,136441	1,88	-0,11	0,01	1,84285714	3,39612245
SUMATORIA	8,1	16,51	5,249	6,676807			0,0358		7,13714286
PROMEDIO	1,15714286		0,74985714						

Nota: Elaboración propia  $X$ : es una variable aleatoria que representa los valores de una muestra o población,  $X^2$ : es el cuadrado de cada valor de  $X$ .,  $Y_i$ : es otra variable aleatoria que representa los valores de una muestra o población diferente a  $X$ .  $Y^2$ : es el cuadrado de cada valor de  $Y$ .  $Y$  GORRITO ( $\hat{Y}$ ): es la media muestral o estimación puntual de la media poblacional de la variable  $Y_i$ .  $Y_i - Y$ GORRITO: es la diferencia entre cada valor individual de  $Y_i$  y la media muestral  $\hat{Y}$ .  $(Y_i - Y$ GORRITO) $^2$ : es el cuadrado de cada diferencia entre cada valor individual de  $Y_i$  y la media muestral  $\hat{Y}$ .  $X_i - X_{med}$ : es la diferencia entre cada valor individual de  $X$  y la mediana de  $X$ .  $(X_i - X_{med})^2$ : es el cuadrado de cada diferencia entre cada valor individual de  $X$  y la mediana de  $X$ .

Donde tenemos  $X$  que representa la concentración preparada y  $Y_i$  la absorbancia registrada a simple vista vemos como los datos generados van teniendo un comportamiento lineal lo cual es ideal para el método que estamos desarrollando dado que indica una correlación de la concentración del analito de interés (Zn) con aumento de la absorbancia registrada en el espectrofotómetro a una longitud de onda de 620 nm. Esto lo podemos evidenciar en la siguiente grafica de los datos:

Ilustración 3 Gráfico de comportamiento de regresión lineal del método de Zn



Como podemos evidenciar esta regresión lineal a su vez posee varias características las cuales son:

	PENDIENTE	ORDENADA	
	0,616	0,04	
DESV EST PENDI	0,0317	0,049	DESV EST ORDENADA
r <sup>2</sup>	0,98693612	0,08462337	ERRORES ALEATORIOS EN Y
r	0,9934		
DESV EST REGRESION LINEAL		0,1374576	

En el laboratorio Aliscca S.A.S. tiene establecido dentro de sus criterios de calidad a nivel estadístico de nuevos métodos que primero la regresión lineal posea un coeficiente de correlación ( $R^2$ ) cercano a un valor de uno (1) y como evidenciamos el  $R^2$  es igual la 0,9978 cumpliendo este requisito y un R de 0,934.

El segundo es utilizar una prueba (t) de contraste (t) de dos colas y 5 grados de libertad

Utilizando la fórmula para calcular el (t) experimental se obtiene:

*Ecuación 8 (t) experimental*

$$t = \frac{|r|\sqrt{n-2}}{\sqrt{1-r^2}}$$

Donde obtenemos:

(t) Experimental: 19,435

(t) de tablas: 2,57

Donde se crea las hipótesis de  $H_0 = \text{NO existe correlación X vs Y significativa con un nivel de confianza del 95 \%}$  o  $H_1 = \text{SI existe correlación X vs Y significativa con un nivel de confianza del 95 \%}$

Para ello se tendrá en cuenta que si:

$t_{\text{calculado}} > t_{\text{tabla}}$  entonces hay descarte de  $H_0$  y se acepta  $H_1$

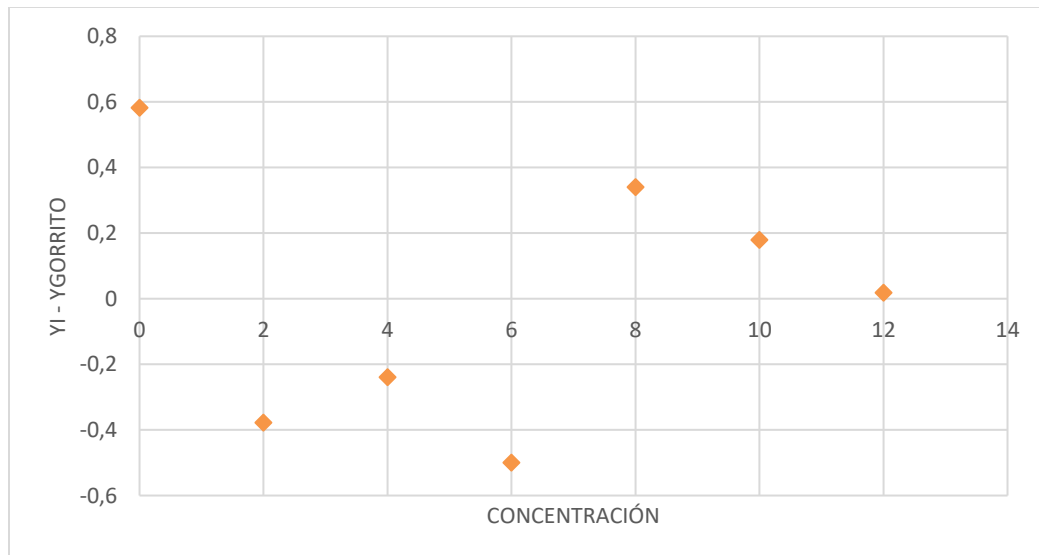
$t_{\text{tabla}} > t_{\text{calculado}}$  entonces hay descarte de  $H_0$  y se acepta  $H_1$

Aplicando una prueba de contraste (t) de dos colas y 5 grados de libertad con un nivel de confianza del 95 %, se concluye que: el (t) experimental es mayor al (t) de tablas por lo tanto se rechaza la hipótesis nula que dice que no existe correlación significativa entre la concentración y la absorbancia, por lo cual se acepta la hipótesis alternativa que dice que si existe correlación por lo tanto existen suficientes elementos de juicio que prueban que existe una linealidad en la regresión lineal implementada, por lo tanto: La linealidad se acepta.

## Homocedasticidad del método

Partiendo de que la homocedasticidad es una propiedad importante de muchos métodos estadísticos que asume que la varianza de los errores en el modelo estadístico es constante en toda la población. Esto significa que la dispersión de los errores es igual en todos los niveles de la variable predictora. En otras palabras, la variabilidad en la distribución de los errores no cambia a medida que cambian los valores de la variable independiente o predictor en el contexto de un método químico, especialmente cuando se utilizan técnicas analíticas para medir la concentración de una sustancia en diferentes muestras. En este caso, la homocedasticidad se refiere a la consistencia de los resultados obtenidos por el método en diferentes condiciones experimentales o en diferentes muestras (Miller, J. N., & Miller, J. C. 2002). Por lo tanto, tenemos en base a los resultados generados en la tabla 9 la siguiente representación gráfica:

*Ilustración 4 Gráfico de Homocedasticidad del método de Zn*



### *Ecuación 9 ecuación lineal*

$$\hat{y} = (\mathbf{Xt} * \mathbf{a}) + \mathbf{b}$$

Donde  $X_t$ = valor teórico en el eje X,  $a$ = pendiente y  $b$ = ordenada.

Si fuera el caso y se evidenciara un comportamiento heterocedástico ósea que los datos de la gráfica evidencien la presencia de errores sistemáticos o de forma lineal lo cual implicaría no adecuado de un procedimiento analítico. Dando como resultado obtenido fue un comportamiento homocedástico ya que se evidencian errores aleatorios y de valores pequeños como podemos evidenciarlo mediante la figura 3.

### **Análisis de muestras reales precisión intermedia entre analistas.**

Se emplea la precisión intermedia ya que este es utilizado en el análisis de datos para describir el grado de exactitud de un método de análisis. puesto que un método de análisis con precisión intermedia tiene una capacidad razonable para producir resultados precisos y consistentes, pero puede presentar algunas variaciones en los resultados debido a factores como la instrumentación, la preparación de las muestras o la variabilidad intrínseca del método. Por lo tanto, para el laboratorio Aliscca S.A.S. es importante este atributo dado que los métodos con precisión intermedia se consideran adecuados para aplicaciones en las que se requiere una precisión razonable por comparación de resultados frente a parámetros normativos, pero no es crítico alcanzar niveles extremadamente precisos. Es importante destacar que la precisión intermedia no debe confundirse con la precisión absoluta, que se refiere a la capacidad de un método para producir resultados exactos sin errores significativos.



Por ello se realiza este ejercicio analizando 7 muestras de agua cruda (muestra real) y empleando blanco de reactivos como línea base respectivamente donde se obtienen los siguientes resultados:

*Tabla 19 Resultados individuales de lecturas Analista 1 O.A.V.*

<b>RESULTADOS en mg Zn/L</b>	<b>Analista 1 O.A.V</b>			
BKO	Agua Cruda	0,04	0,03	0,04
BKO	Agua Cruda	0,04	0,05	0,05
BKO	Agua Cruda	0,05		

Nota: Resultados en mg Zn/L

*Tabla 20 Resultados individuales de lecturas Analista 2 R.R.S.*

<b>Analista 2. R.R.S</b>				<b>Promedio / muestra</b>
BKO	0,05	0,05	0,05	0,0500
BKO	0,03	0,04	0,04	0,0367
BKO	0,04			0,0400

Nota: Resultados en mg Zn/L

De cual ala realizar un análisis estadístico individual obtenemos que para los analistas OAV (Omar Andrés Valencia) y RRS (Ricardo Ramírez Sánchez):

Tabla 21 Análisis Estadísticos individuales de las lecturas

<b>ANALISIS ESTADISTICO INDIVIDUAL OAV</b>			
<b>Promedio ensayos por analista</b>	<b>Unidad</b>	<b>mg Zn/L</b>	0,043
<b>numero de ensayos realizados a las muestras (n)</b>			7
Desviación estándar individual	<b>Unidad</b>	<b>mg Zn/L</b>	0,00700
Coeficiente de variación %	<b>Unidad</b>	<b>%</b>	<b>16,33</b>
<b>ANALISIS ESTADISTICO INDIVIDUAL RRS</b>			
<b>Promedio ensayos por analista</b>	<b>Unidad</b>	<b>mg Zn/L</b>	0,043
<b>numero de ensayos realizados a las muestras (n)</b>			7
Desviación estándar individual	<b>Unidad</b>	<b>mg Zn/L</b>	0,00700
Coeficiente de variación %	<b>Unidad</b>	<b>%</b>	<b>16,33</b>

Nota: Elaboración propia.

Frente a un promedio realizado a un numero de 7 ensayos se calcula la desviación estándar individual la cual consiste en:

*Ecuación 10 Desviación estándar individual*

$$\text{Desviación estándar individual} = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}$$

Donde:

$\Sigma$  representa la suma de todos los valores.

$x_i$  es el valor individual de la muestra.

$\bar{x}$  es la media de la muestra.

$n$  es el número total de valores en la muestra.

En resumen, para calcular la desviación estándar individual, se deben restar cada valor individual de la media, elevar al cuadrado cada una de las diferencias, sumar todas las diferencias al cuadrado, dividir la suma entre el número total de valores menos uno (n-1) y

finalmente, tomar la raíz cuadrada del resultado obtenido. Esto se hace ya que con la desviación estándar individual es una medida útil para evaluar la precisión y la consistencia de entre el conjunto de datos individuales que se obtuvieron al analizar la misma muestra de agua cruda en relación con el Zn, lo que puede ser importante en situaciones en las que se necesita medir la variabilidad de un proceso o fenómeno a nivel individual donde para este caso se puede evidenciar que los dos analistas tienen el mismo valor mostrando que no hay una desviación entre analistas para el grupo de análisis realizados.

Por otro lado, se analiza el coeficiente de variación entre los analistas en % dado que es una medida de variabilidad de los datos obtenidos donde:

*Ecuación 11 coeficiente de variación*

$$CV = \left( \frac{\text{desviación estándar}}{\text{media}} \right) \times 100\%$$

Entre los analistas parecíamos un resultado de 16,33 % para ambos casos teniendo en cuenta que, cuanto mayor sea el valor del coeficiente de variación, mayor será la variabilidad relativa de los datos con respecto a su media. Pero al revisar los resultados al ser valores tan pequeños la variación de 0.01mg de Zn/L por lectura implica cambios significativos en el coeficiente de variación sin ser estos muy marcados en el promedio de los análisis.

Al revisar todos los datos de forma global obtenemos partimos analizando a media aritmética ponderada que es una medida de tendencia central que se utiliza para calcular la media de un conjunto de datos en el que cada valor tiene una importancia diferente mediante la fórmula:

*Ecuación 12 Media aritmética ponderada*

$$\text{Media aritmética ponderada} = \frac{(\sum (x_i w_i))}{(\sum w_i)}$$

Dónde:

$\Sigma$  representa la suma de todos los valores

$x_i$  es el valor de la muestra

$w_i$  es el peso o importancia asignada a cada valor de la muestra

$\Sigma w_i$  es la suma de todos los pesos.

De allí obtenemos como resultado para las mediciones realizadas que esta es de 0,042857 mg Zn/L.

También se procede a calcular la Desviación estándar de la serie de mediciones ( $S_i$ ) puesto que es útil para entender la variabilidad de los datos en una serie de mediciones, también este cálculo permite medir cuánto se alejan los datos individuales de la media lo que puede ser importante para determinar la precisión de una medición o la consistencia de un proceso mediante la formula:

*Ecuación 13 Desviación estándar de la serie de mediciones*

$$\text{Desviación estándar de la serie de mediciones} = (S_i) = \sqrt{\frac{\Sigma(S_i - \bar{S})^2}{n-1}}$$

Donde:

$\Sigma$  representa la suma de todas las mediciones.

$S_i$  es el valor individual de la serie de mediciones.

$\bar{S}$  es la media de la serie de mediciones.

$n$  es el número total de mediciones en la serie.

De allí obtenemos como resultado para las mediciones realizadas que esta es de 0,007310 mg Zn/L.

Otro análisis estadístico que se realiza es el de la Desviación estándar entre las series de mediciones ( $S_z$ ) puesto que esto nos permite ver la desviación entre los analistas y permite medir cuánto se alejan las medias de cada serie de mediciones de la media general, lo que puede ser importante ya que también es útil para comparar diferentes series de mediciones y determinar cuál tiene una mayor o menor variabilidad entre ellas. Aplicamos para esto la formula:

*Ecuación 14 Desviación estándar de la serie de mediciones ( $S_z$ )*

$$\text{Desviación estándar de la serie de mediciones}(S_z) = \sqrt{\frac{\Sigma(\bar{S}_z - \bar{S})^2}{k - 1}}$$

Donde:

$\Sigma$  representa la suma de todas las series de mediciones.

$\bar{S}_z$  es la media de la serie de mediciones  $z$ .

$\bar{S}$  es la media de todas las medias de las series de mediciones.

$k$  es el número total de series de mediciones.

De allí obtenemos como resultado para las mediciones realizadas que esta es de 0,00 mg Zn/L lo cual es razonable dado que los resultados estadísticos de los dos analistas fue el mismo. Por último, se realiza el cálculo de la Desviación estándar Total de las mediciones con el fin de evaluar a la reproducibilidad del método contemplando la desviación entre los analistas y la desviación dentro de los analistas esto lo hacemos mediante la formula:

*Ecuación 15 Desviación estándar total ( $\sigma$ )*

$$\text{Desviación estándar total } (\sigma) = \sqrt{\frac{\Sigma(S_i - \bar{S})^2}{N - 1}}$$

Donde:

$\Sigma$  representa la suma de todas las mediciones de todas las series de mediciones.

$S_i$  es el valor individual de la serie de mediciones.

$\bar{S}$  es la media de todas las medias de las series de mediciones.

$N$  es el número total de mediciones en todas las series.

De allí obtenemos como resultado para las mediciones realizadas que esta es de 0,006724 mg Zn/L.

### **Determinación de concordancia en términos de % y Sesgo del método por medio de estimación de error sistemático de materiales de referencia.**

Se procedió mediante el empleo de un material de referencia certificado (MRC) de zinc, se procedió a realizar 3 preparaciones de 3 concentraciones diferentes las cuales están dentro del rango de linealidad determinada anteriormente para el método según lo desarrollado en el numeral 8.2. Estas concentraciones preparadas fueron respectivamente de 0,1 mg de Zn/L, 0,5 mg de Zn/L y 3,0 mg de Zn/L esto se hace pensando en tomar el punto más bajo de lectura, el punto medio bajo y el tope máximo del método y se analiza cada una de estas concentraciones 6 veces con un total de 18 análisis para proceder a procesar los datos arrojado para aplicarles pruebas de concordancia en términos de porcentaje, desviación estándar de los datos, máxima lectura, mínima lectura, error sistemático o BIAS ya que este se refiere a la tendencia que se puede dar en un método de análisis ya que se puede producir resultados que están desviados o alejados de

la verdad o del valor real. De lo anteriormente mencionado se obtuvieron los siguientes resultados de análisis:

*Tabla 22 Resultados de Análisis para estándar de 0,1 mg Zn/L*

<b>ANALISTA</b>	RICARDO RAMIREZ SANCHEZ	
VALOR TEORICO	0,1	mg Zn/L
REPETICIONES	ZINC EXPERIMENTAL	
1	0,11	mg Zn/L
2	0,12	mg Zn/L
3	0,11	mg Zn/L
4	0,11	mg Zn/L
5	0,10	mg Zn/L
6	0,11	mg Zn/L
SUMA	0,66	mg Zn/L
PROMEDIO	0,1100	mg Zn/L
DESV. EST	0,0058	mg Zn/L
MAX	0,12	mg Zn/L
MIN	0,1	mg Zn/L
<b>ERROR SISTEMATICO (BIAS)</b>	<b>0,01000</b>	mg Zn/L
<b>% RPD Vmax y V min</b>	<b>18,18182</b>	%
ERROR RELATIVO %	10,000	%
CONCORDANCIA %	110,0	%
<b>COEFICIENTE DE VARIACION %</b>	<b>5,25</b>	%

Nota: elaboración propia

Tabla 23 Resultados de Análisis para estándar de 0,5 mg Zn/L

<b>ANALISTA</b>	<b>OMAR ANDRES VALENCIA G</b>	
VALOR TEORICO	0,5	mg Zn/L
REPETICIONES	<b>ZINC EXPERIMENTAL</b>	
1	0,49	mg Zn/L
2	0,50	mg Zn/L
3	0,52	mg Zn/L
4	0,51	mg Zn/L
5	0,49	mg Zn/L
6	0,50	mg Zn/L
SUMA	3,01	mg Zn/L
PROMEDIO	0,5017	mg Zn/L
DESV. EST	0,0107	mg Zn/L
MAX	0,52	mg Zn/L
MIN	0,49	mg Zn/L
<b>ERROR SISTEMATICO (BIAS)</b>	<b>0,00167</b>	mg Zn/L
<b>% RPD Vmax y V min</b>	<b>5,94059</b>	%
ERROR RELATIVO %	0,333	%
CONCORDANCIA %	100,3	%
<b>COEFICIENTE DE VARIACION %</b>	<b>2,13</b>	%

Nota: elaboración propia

Tabla 24 Resultados de Análisis para estándar de 3,0 mg Zn/L

<b>ANALISTA</b>	<b>RICARDO RAMIREZ SANCHEZ</b>	
VALOR TEORICO	3,0	mg Zn/L
REPETICIONES	<b>ZINC EXPERIMENTAL</b>	
1	2,90	mg Zn/L
2	2,91	mg Zn/L
3	2,93	mg Zn/L



4	2,93	mg Zn/L
5	2,93	mg Zn/L
6	2,91	mg Zn/L
SUMA	17,51	mg Zn/L
PROMEDIO	2,9183	mg Zn/L
DESV. EST	0,0121	mg Zn/L
MAX	2,93	mg Zn/L
MIN	2,9	mg Zn/L
<b>ERROR SISTEMATICO (BIAS)</b>	<b>-0,08167</b>	mg Zn/L
<b>% RPD Vmax y V min</b>	<b>1,02916</b>	%
ERROR RELATIVO %	-2,722	%
CONCORDANCIA %	97,3	%
<b>COEFICIENTE DE VARIACION %</b>	<b>0,42</b>	%

Nota: elaboración propia

Es importante denotar como el porcentaje de concordancia es importante en la evaluación de la fiabilidad y validez de un método de medición. Esto se da ya que un alto porcentaje de concordancia indica que el método es consistente y preciso, mientras que un bajo porcentaje de concordancia sugiere que el método puede tener problemas de precisión o fiabilidad. Para los resultados obtenidos se toma el promedio de las mediciones para realizar estas pruebas de concordancia en donde para el estándar de 0,1 mg Zn/L la concordancia fue de 110 % con un error relativo del 10 % y respectivamente resaltando que el error sistemático o BIAS es de apenas 0,010 mg Zn/L, para el estándar de 0,5 mg Zn/L podemos apreciar una concordancia fue de 100,3% con un error relativo del 0,33 % y respectivamente resaltando que el error sistemático o BIAS es de apenas 0,00167 mg Zn/L y por ultimo para el estándar de 3,0 mg Zn/L encontramos que la concordancia fue de 97,3 % con un error relativo del -2,722 % con un error sistemático o BIAS es de -0,08167 mg Zn/L,

Podemos deducir al ver estos resultados que es notable que la muestra de menor concentración es aceptable un error del 10% dado que al ser una concentración tan baja la medición del mismo estándar durante su preparación puede generar desviaciones significativas ya que tiene a su vez un coeficiente de variación de 5,25 %. Caso contrario lo vemos con el máximo de lectura referente al estándar 3,0 mg de Zn/L la cual al tener una concordancia del 97,3% los resultados fueron más consistentes dado que el coeficiente de variación de las lecturas fue de apenas 0,42%.

Por otra parte, se revisó el % RPD (Relative Percent Difference, por sus siglas en inglés) ya que dentro de los criterios del laboratorio ALISCCA SAS para sus métodos de análisis es % RPD es una medida de la precisión de un método de medición o análisis ya que mediante este cálculo se compara la diferencia entre dos mediciones repetidas con el promedio de dichas mediciones, y se expresa como un porcentaje del promedio. Esto lo calculamos mediante la fórmula:

*Ecuación 16 Relative Percent Difference*

$$\%RPD = \left( \frac{(|medición 1 - medición 2|)}{(|promedio de las mediciones 1 y 2|)} \right) \times 100$$

Donde "medición 1" y "medición 2" son las dos mediciones repetidas, y "promedio de las mediciones" es la media de ambas mediciones.

El % RPD se utiliza comúnmente en la evaluación de la precisión de un método de medición. Un % RPD bajo indica una alta precisión del método, mientras que un % RPD alto

indica una baja precisión. Por lo general, se considera aceptable dentro de los criterios de aseguramiento y validez de los resultados del laboratorio ALISCCA SAS un % RPD menor al 20% para sus métodos y esto unido con el criterio de concordancia de 80 % al 120 % permite de forma contundente importante evaluar tanto la precisión como la exactitud de un método para determinar su calidad global.

Para el caso de los análisis realizados podemos observar como el % RPD fueron bajos para la muestras de 0,5 mg de Zn/L de apenas 5,94% y para la muestras de 3,0 mg de Zn/L con un resultado de 1,02%; esto frente al resultado obtenido para la muestras de 0,1 mg de Zn/L que tuvo el %RPD más alto con un valor de 18,18% dado que al ser valores tan bajos por la concentración de estos que a su vez impacta significativamente los valores, sin embargo al tener nuevamente encuentra los criterios para la validez de los resultados que tiene el laboratorio ALISCCA podemos ver que está dentro del rango de aceptabilidad por ser un %RPD menor al 20% y esto permite concluir que son aceptables los resultados obtenidos.

### **Prueba de desempeño entre laboratorios / Prueba de desempeño de método entre Analistas del laboratorio**

El laboratorio toma la decisión de no realizar en primera medida una prueba de entre laboratorios dado que con los resultados que han obtenido se muestran el comportamiento conforme del método de análisis en relación a los materiales de referencia certificado que se han analizada a lo largo del proceso de validación, otro factor esta dado por que en la región no hay una laboratorio acreditado en análisis de zinc en agua frente al Organismo de acreditación de colombiana ONAC en la ISO 17025:2017 pero proyecta para el año 2024 realizar esta comparación en el primer trimestre de dicho año; otro factor que se abordara y que para la

organización es un factor importante está enmarcado en realizar pruebas de desempeño entre analistas para evaluar el desempeño interno del mismo método como un ejercicio intra laboratorio; sin embargo

Es importante tener en cuenta que la prueba de desempeño de método es un procedimiento clave para evaluar la competencia técnica de los analistas del laboratorio en primera medida y en segunda medida esto ayuda a asegurar la calidad de los resultados de los análisis. Esta prueba se realiza con el objetivo de determinar la habilidad de los analistas para realizar el nuevo método de análisis de zinc en agua con el fin de obtener resultados precisos y confiables para futuras muestras.

Por ello la prueba de desempeño de método se lleva a cabo mediante la realización de un conjunto de mediciones con una muestra artificial creada especialmente para simular condiciones extremas de una muestra de agua con zinc; para ello se procedió a depositar un trozo de teja de zinc en un balde con agua y tras 48 horas se retiró el trozo de zinc como se evidencia en la **Figura 5.** y se realiza análisis a la muestra para conocer la concentración de zinc de esta muestra y se procedió posterior a ello presentar la muestra a los analistas Omar Andrés Valencia y Cristian Camilo Hincapié la muestra para que siguiendo los procedimientos y protocolos establecidos para el análisis de zinc en agua se procediera a realizar este ejercicios de análisis. Los resultados obtenidos se comparan con los valores de referencia y se evalúa la precisión y exactitud del método y la habilidad del analista para llevar a cabo el análisis.

*Ilustración 5 Fotografía de muestra preparada artificialmente para ensayo entre analistas.*



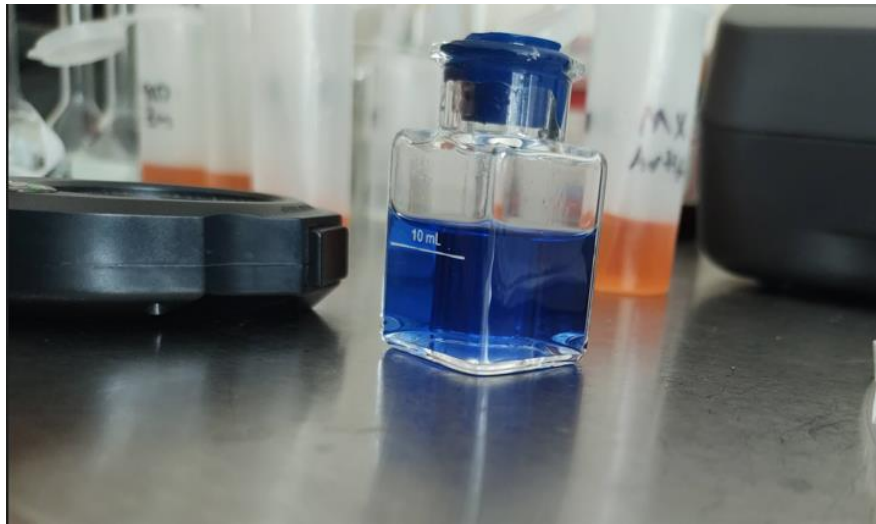
Nota: autoría propia muestra compuesta por trozo de lata de zinc y agua grado laboratorio.

Al realizar análisis iniciales se alcanza a detectar que las muestras exceden el límite máximo de cuantificación del método como se puede evidenciar en la figura 6 donde la coloración de la muestra se intensifica a una escala azul (comportamiento anormal de la coloración del método) por lo que se sugiere como medida de preparación el hacer una dilución de la muestra en 10 para poder llegar a rangos de lectura del método. Donde se brinda a los analistas la muestra preparada para que proceder a realizar los análisis por triplicado de cada muestra por cada uno de los alistas como se aprecia en la figura 7.

Este método tiene la siguiente reacción donde el zinc reacciona con el reactivo zincona hasta formar un complejo de color verde-amarronado a azul en una solución tampón de pH alcalino. Dado que otros metales pueden formar complejos coloreados con zincona, se añade cianuro formar un complejo con el zinc y cualquier otro metal pesado presente. Entonces, se

añade cyclohexanona para liberar selectivamente el zinc de su complejo de cianuro para que pueda reaccionar con el zincon hasta formar el producto final de color azul. La cantidad de color desarrollada es proporcional a la concentración de zinc presente en la muestra acuosa.

*Ilustración 6 Fotografía de muestra artificial coloreada para ensayo inicial.*



Nota: autoría propia. Muestra sin aplicar dilución y con adición de los reactivos.

*Ilustración 7 Fotografía de Analistas procediendo al análisis de la muestra.*



Nota: autoría propia.

Para proceder a tabular los datos y generar el comparativo se establece primero el siguiente cuadro en el cual está contenido los análisis realizados por el analista de referencia Ricardo Ramírez Sánchez que realiza el ensayo en 6 repeticiones para establecer el valor de referencia frente al cual se procederá a comparar obtenido los siguientes resultados:

*Tabla 25 Resultados de Análisis para muestra artificial*

<b>ANALISTA</b>	<b>RICARDO RAMIREZ SANCHEZ</b>	
VALOR TEORICO	5,95	mg Zn/L
REPETICIONES	ZINC EXPERIMENTAL	
1	5,90	mg Zn/L
2	6,00	mg Zn/L
3	5,90	mg Zn/L
4	6,10	mg Zn/L
5	5,90	mg Zn/L
6	5,90	mg Zn/L
SUMA	35,7	mg Zn/L
PROMEDIO	5,9500	mg Zn/L
DESV. EST	0,0764	mg Zn/L
MAX	6,1	mg Zn/L
MIN	5,9	mg Zn/L
<b>% RPD Vmax y V min</b>	<b>3,33333</b>	<b>%</b>
ERROR RELATIVO %	0,000	%
CONCORDANCIA %	100,0	%
<b>COEFICIENTE DE VARIACION %</b>	<b>1,28</b>	<b>%</b>

Nota: elaboración propia

Como se evidencia se establece que el valor de referencia que se dio a la muestra es de 5.95 mg Zn/L y con esto se procede a realizar la comparación frente a las 3 repeticiones por parte de los analistas del laboratorio Aliscca SAS Omar Andrés Valencia G. y Cristian Camilo Hincapie los cuales obtuvieron los siguientes resultados:

*Tabla 26 Resultados de Análisis obtenido por los analistas*

<b>ANALISTA</b>	<b>OMAR ANDRES VALENCIA G</b>		<b>CRISTIAN HINCAPIE</b>	
VALOR TEORICO	5,95	mg Zn/L	5,95	mg Zn/L
REPETICIONES	ZINC EXPERIMENTAL		ZINC EXPERIMENTAL	
1	6,50	mg Zn/L	6,60	mg Zn/L
2	6,50	mg Zn/L	6,40	mg Zn/L
3	6,60	mg Zn/L	6,40	mg Zn/L
SUMA	19,6	mg Zn/L	19,4	mg Zn/L
PROMEDIO	6,5333	mg Zn/L	6,4667	mg Zn/L
DESV. EST	0,0471	mg Zn/L	0,0943	mg Zn/L
MAX	6,6	mg Zn/L	6,6	mg Zn/L
MIN	6,5	mg Zn/L	6,4	mg Zn/L
<b>ERROR SISTEMATICO (BIAS)</b>	<b>0,58333</b>	mg Zn/L	<b>0,51667</b>	mg Zn/L
<b>% RPD Vmax y V min</b>	<b>1,52672</b>	%	<b>3,07692</b>	%
ERROR RELATIVO %	9,804	%	8,683	%
CONCORDANCIA %	109,8	%	108,7	%
<b>COEFICIENTE DE VARIACION %</b>	<b>0,72</b>	%	<b>1,46</b>	%

Nota: elaboración propia

Como podemos apreciar los resultados obtenidos presentan comportamientos similares entre los dos analistas como se aprecia en la tabla 18. Encontramos que el promedio de la



medición de Omar Andrés Valencia G. fue de 6.53 mg Zn/L y si tomamos ese promedio frente al promedio asignado para el análisis de 5.95 mg Zn/L encontramos que el %RPD entre estos valores es de 9.29 % por debajo del máximo permitido por el laboratorio Aliscca SAS dentro de su sistema de gestión de calidad de <20% y al repetir el ejercicio con el resultado obtenido del promedio de mediciones de Cristian Camilo Hincapie de 6.47 mg Zn/L encontramos que el %RPD entre estos valores es de 8.37 % también siendo por debajo. También es de resaltar que el error sistemático BIAS está por debajo 0.6 mg de Zn/L con un coeficiente de variación por debajo del 1.5% y con una concordancia del 109 % al 110 % donde como criterio de calidad del laboratorio para métodos no acreditados está el que la concordancia debe estar entre el 80% al 120% siendo acorde al criterio.

Dentro de las variables marcadas cabe resaltar varios factores que pueden afectar dentro de la variabilidad de los resultados que pueden estar enmarcado en tiempos de análisis ya que las lecturas iniciales se realizan 8 días antes de someter la muestra a análisis por parte de los analistas. Otro factor es que la muestra no se le aplicó ningún conservante como lo indicaría el estándar métodos para preservar el analito y evitar que se adhiera al envase.

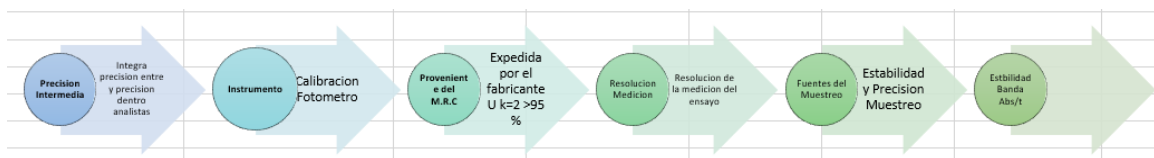
Sin embargo, a pesar de las variaciones marcadas podemos ver de manera global como se cumplió de manera conforme el ejercicio de Intralaboratorios mostrando que el método es altamente reproducible y estable en relación las lecturas a pesar de variables dentro de la incertidumbre de los resultados que puedan estar asociadas por ejemplo a las mediciones volumétricas, incertidumbre de equipo, aforo de material, entre otros.

## Estimación de Incertidumbre para el Método de Zinc

Es muy importante este paso ya que la determinación de la incertidumbre de un método analítico es fundamental en el análisis químico, ya que permite evaluar la fiabilidad y precisión de los resultados obtenidos dado que estos resultados a su vez repercuten en criterios de aceptabilidad y rechazo de una muestra frente a los parámetros norma. La incertidumbre se refiere a la variabilidad o imprecisión de los resultados de una medición, y su estimación es necesaria para la evaluación de la validez de los resultados y para la toma de decisiones.

Dentro de los procedimientos internos en el laboratorio Aliscca SAS la determinación de la incertidumbre se basa en la identificación y cuantificación de las fuentes de error que pueden afectar la precisión del método. Estas fuentes de error pueden ser de diferentes tipos o niveles, como errores aleatorios, errores sistemáticos, efectos de calibración, entre otros. Una vez identificadas, se deben cuantificar para estimar la magnitud de la incertidumbre total. Por lo consiguiente se procedió a inicialmente identificar las fuentes de incertidumbres basado en la metodología de análisis que tiene donde se identificó:

*Ilustración 8 Identificación inicial de fuentes de incertidumbre*



Nota elaboracion propia

Las fuentes como se aprecia en figura 8. Se identificaron como fuentes la precisión intermedia, incertidumbre por equipo fotómetro, fuente por material de referencia certificado,

resolución de la medición, fuentes de muestreo y estabilidad de la banda al momento de la medición. Con esto y para cada fuente se hace una estimación de su aporte individual y se lleva a términos relativos el impacto que generan dichas fuentes de la siguiente forma:

Tabla 27 Incertidumbre precisión Intermedia

<b>1. Incertidumbre Precisión Intermedia</b>		
<b>Muestra con mayor desviación entre analistas</b>	<b>Blanco</b>	<b><u>La matriz con la mayor incertidumbre por precisión intermedia.</u></b>
<b>Media Aritmética mg Zn/L</b>	0,0429	
<b>Desviación Estándar Total mg Zn/L</b>	0,0067	
<b>Numero de Ensayos</b>	14	
<b>Incertidumbre Estándar mg Zn/L</b>	<b>0,001797</b>	
<b>Incertidumbre estándar relativa</b>	<b>0,041931</b>	

Nota: elaboración propia

Tabla 28 Incertidumbre por instrumento Espectrofotómetro

<b>2. Incertidumbre por Instrumento</b>		
<b>Fuente resolución Equipo</b>	0,001	mg Zn/L
<b>Fuente MRC de Calibración y Dilución</b>	0,00405	mg Zn/L
<b>Fuente Precisión valores de calibración</b>	<b>0,15000</b>	mg Zn/L
Mayor Impacto entre puntos calibrados.		
<b>Valor medio de regresión</b>	1,62	mg Zn/L
<b>Incertidumbre estándar relativa</b>	<b>0,092628</b>	Sin Unidad

Nota: elaboración propia

Tabla 29 Incertidumbre Proveniente M.R.C

<b>3. Incertidumbre Proveniente M.R.C</b>		
<u>M.R.C 1000 mg Zn/L</u>	Material que acompaña análisis	
* uer Incertidumbre estándar relativa		
Fuente tipo B	F(x) K=2 Factor de Cobertura	
<b>Incertidumbre Expandida</b>	5	mg Zn/L
<b>Incertidumbre Estándar</b>	2,5	mg Zn/L
<b>Incertidumbre estándar relativa</b>	<b>0,002500</b>	Sin Unidad

Nota: elaboración propia

Tabla 30 Incertidumbre por Medición

<b>4. Fuente Resolución Medición</b>		
<b>Fuente resolución Equipo</b>	0,001	mg Zn/L
* uer Incertidumbre estándar relativa		
<b>Fuente tipo B</b>	Distribución rectangular	se aplica raíz 3
<b>Valor de medición</b>	1,62	mg Zn/L
<b>Incertidumbre Estándar</b>	<b>0,00058</b>	mg Zn/L
<b>Incertidumbre estándar relativa</b>	<b>0,00036</b>	<b><u>Sin unidad</u></b>

Nota: elaboración propia

Tabla 31 Incertidumbre por Muestreo

<b>5. Fuentes de Muestreo</b>		
<i>Fuente ya estudiada por el laboratorio ALISCCA</i>		
<b>Uer por estabilidad</b>	<b>0,00209</b>	<i><u>Sin unidad</u></i>
<b>Uer por precisión muestreador</b>	<b>0,00070</b>	<i><u>Sin unidad</u></i>
<b>Unión estabilidad + precisión</b>	<b>0,00221</b>	<i><u>Sin unidad</u></i>

Nota: elaboración propia

Tabla 32 Incertidumbre Estabilidad de la Banda de Zincon/Zinc

<b>6. Estabilidad de la Banda de Zincon/Zinc</b>		
<b>Max Variación 20 s. A 3 mg Zn/L</b>	0,01	mg Zn/L
* Uer Incertidumbre estándar relativa		
<b>Fuente tipo B</b>	Distribución rectangular	se aplica raíz 3
<b>Valor de medición</b>	0,00577	mg Zn/L
<b>Incertidumbre Estándar</b>	<b>0,00577</b>	mg Zn/L
<b>Incertidumbre estándar relativa</b>	<b>0,00192</b>	<i><u>Sin unidad</u></i>

Nota: elaboración propia

Con los datos obtenidos podemos diferir las siguientes conclusiones en relación con la incertidumbre del método donde al unifican las incertidumbres estándar relativas para evaluar como impactan sobre la incertidumbre de medición nos permite de esta forma definir las fuentes de mayor impacto como porcentaje incertidumbre estándar relativa (uer%) lo cual lo que se definiría así:

Incertidumbre precisión Intermedia 0,04193 uer % que equivale al 30%

Incertidumbre por Instrumento 0,09263 uer % que equivale al 65%

Incertidumbre Proveniente M.R.C 0,00250 uer % que equivale al 2 %

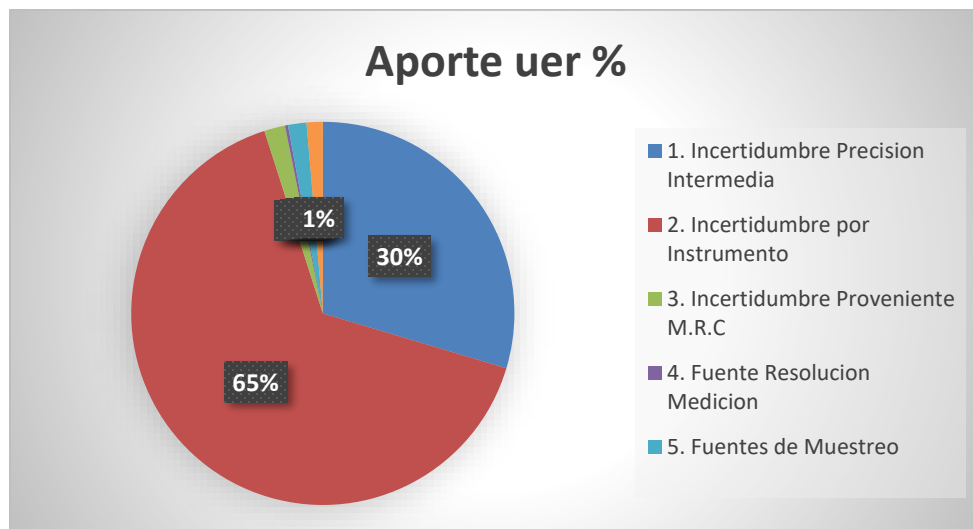
Fuente resolución medición 0,00036 uer % que equivale al 5 %

Fuentes de Muestreo 0,00221 uer % que equivale al 2%

Estabilidad de la Banda de Zincon/Zinc 0,00192 uer 1%

La suma de todas las fuentes estaría en 0,14155 uer % y al representarlo de forma gráfica se vería de la siguiente forma:

*Ilustración 9 Impacto de fuentes de incertidumbre en el método*



**Nota. Elaboración propia**

Como se puede apreciar en la gráfica, la fuente que mayor impacto tiene sobre el método es la aportada por el instrumento durante la regresión lineal del método, con un 65 % del total del impacto sobre la incertidumbre de medición, con base a la experiencia del laboratorio es razonablemente lógico y era lo esperado dado que este un factor que realmente impacta.

La segunda fuente es la variabilidad atribuida a la precisión dentro y entre analistas unificada como la precisión intermedia del método. Con un impacto del 30 %. Estas fuentes son las que deben ser controladas con el fin de no aumentar más el nivel de incertidumbre que tiene cada medición.

## Conclusiones

Se realizó la adecuación de un método cualitativo para hacer mediciones cuantitativas de Zinc por espectrofotometría en Agua Cruda, Tratada y Envasada en el Laboratorio Aliscca S.A.S. Y evaluar su aptitud del método encontrando un límite de detección de 0.066 mg Zn/L, un límite de cuantificación de 0.10 mg Zn/L con rango de medición de 0.1 mg Zn/L a 3.0 mg Zn/L, con un comportamiento homocástico, con una linealidad de mayor de 0.995 demostrada por estadística descriptiva y con una incertidumbre con valores controlados y razonables.

El estudio ejecutivo de costos por ensayo demuestra que la adecuación del método cualitativo para determinación de zinc en agua adaptado a cuantitativo en el laboratorio Aliscca S.A.S es un servicio económicamente viable. Además, la implementación de este método no genera un aumento significativo en los costos por ensayo, por lo que es una alternativa viable desde el punto de vista financiero ya que representa una reducción entre el 49% al 74,4%. En consecuencia, se recomienda la implementación del método cuantitativo para la determinación de zinc en agua en el laboratorio Aliscca S.A.S como una estrategia efectiva para mejorar la calidad de sus servicios y aumentar su competitividad en el mercado.

Por otra parte, se puede concluir que la metodología propuesta es más económica para la organización dado que el costo de análisis sería de solo \$13.900 pesos colombianos siendo un beneficio para el portafolio y generando un impacto positivo en el mercado dado que se puede transmitir este costo bajo el mercado y obtener el laboratorio un excelente margen de utilidad y competitividad por la ampliación de su portafolio de análisis.



El balance de residuos generado demuestra que el método adaptado en relación con los residuos peligrosos genera un menor número y cantidad de desechos peligrosos en comparación con el método de referencia utilizado en el laboratorio y esto se evidencia un 70.5 % de reducción de desechos como se evidencio en el balance presentado. La adopción de este método reduce significativamente la cantidad de reactivos y solventes utilizados, lo que a su vez disminuye la cantidad de residuos peligrosos generados en el proceso de análisis. Además, un menor impacto ambiental en el método adaptado lo que impacta en el medio ambiente y la salud pública. En consecuencia, se recomienda la implementación del método adaptado como una estrategia efectiva para reducir la generación de residuos peligrosos en el laboratorio y cumplir con los estándares ambientales y de seguridad requeridos en la normativa vigente. Por lo tanto, se concluye que el método es ambientalmente viable.

La validación de la adaptación del método cualitativo de Zinc a cuantitativo por espectrofotometría en agua cruda, tratada y envasada demuestra que la técnica es robusta y precisa, con una alta exactitud y sensibilidad. La determinación de los parámetros experimentales como error relativo, porcentaje de recuperación, repetitividad, robustez, con un límite de detección 0.066 mg Zn/L y frente al límite de normativa legal vigente 3.0 mg Zn/L siendo casi 40 veces más bajo el límite de normativo, con un límite de cuantificación de 0.1 mg Zn/L, con un coeficiente de correlación lineal  $>0.995$  o  $>0.990$  con pruebas complementarias y alta exactitud como se apreció en el desarrollo del proyecto aplicado. Con base a las características de desempeño del método adaptado este cumple con los criterios de calidad definidos por el laboratorio Aliscca SAS lo que concluye que es apto para la medición cuantitativa de la concentración de zinc en agua.

Se concluye con respaldo de la dirección técnica del laboratorio que el método empleado para la determinación de Zinc en agua evaluado cumple con los criterios establecidos por el laboratorio Aliscca S.A.S para exactitud y precisión definidos en términos de coeficiente de variación y concordancia. Y según los resultados obtenidos por ensayos en sitio en la sede del laboratorio Aliscca S.A.S ubicada en Pereira, Risaralda Cr 11 #40-105 PISO 2 área FÍSICOQUÍMICO se demostró que el método es apto para ser empleados en el análisis de Agua cruda, tratada y envasada que analiza el laboratorio en las condiciones establecidas en el laboratorio y por los procedimientos internos: F-PR-MA-131 Determinación de Zinc [v1].

Por último, podemos concluir con el ejercicio realizado como la validación de un método para determinar zinc en agua es de gran importancia ya que permite garantizar la calidad y la fiabilidad de los resultados de análisis, lo que es fundamental en múltiples áreas como la salud pública, la industria alimentaria o manejo agrícola. Con esta validación se demostró que el método es capaz de medir con precisión y exactitud la concentración de zinc en el agua, así como la capacidad de detectar la presencia de zinc en concentraciones bajas.

## Recomendaciones

Se recomienda realizar ensayos de aptitud en el año 2024 como medida complementaria para garantizar la calidad y confiabilidad de los resultados de los análisis de zinc en el laboratorio Aliscca S.A.S puesto que los ensayos de aptitud son una herramienta valiosa para evaluar la capacidad del personal del laboratorio frente a otros laboratorios para identificar posibles áreas de mejora en el proceso de análisis. Además, los ensayos de aptitud también ayudan a detectar y corregir errores sistemáticos en los procedimientos analíticos, lo que contribuye a mejorar la calidad de los resultados y reducir la variabilidad en las mediciones.

Se recomienda también hacer este tipo de proceso a los desechos que se generan en otras pruebas de análisis en próximas verificaciones de métodos con el fin de encontrar alternativas que disminuyan la generación de desechos peligrosos o de difícil manejo para el medio ambiente.

Se recomienda el realizar la actividad de análisis de costos para otros métodos que puedan servir de candidatos para ser verificados y poder mediante un análisis los insumos o métodos que no son tan eficientes en tiempo o en recursos con el fin de poder bajar los costos de análisis repercutiendo así en los gastos de la empresa y en el cliente del servicio.

También se toma como base a los resultados obtenidos para el método de determinación de zinc, y se recomienda tenerlo en cuenta como candidato para acreditación por los buenos

resultados obtenidos con el fin de ampliar el alcance de acreditación ante ONAC y contribuir al crecimiento de la organización, partiendo desde una planeación adecuada de costos beneficios.

Por último se recomienda el poder continuar con actividades para estudiantes de la ingeniería de alimentos de la UNAD en el laboratorio Aliscca S.A.S, ya que dentro de nuestro conocimiento en áreas como la tecnología de los alimentos, la microbiología, la química de los alimentos y la normativa alimentaria podemos apoyar en el desarrollo de metodologías analíticas y la interpretación de los resultados de los análisis químicos y microbiológicos para poder contribuir en el diseño y desarrollo de procesos y productos innovadores, la optimización de los procesos productivos y la solución de problemas relacionados con la calidad de los alimentos.

## Referencias

- Introducción a la química ambiental. (2006, 1 enero). Editorial Reverté S.A.  
[https://www.reverte.com/libro/introduccion-a-la-quimica-ambiental\\_82109/](https://www.reverte.com/libro/introduccion-a-la-quimica-ambiental_82109/)
- Miller, J. N., & Miller, J. C. (2002). Estadística y quimiometría para química analítica (4.a ed.).  
Prentice Hall. <https://sceqa.files.wordpress.com/2012/05/quimica-y-quimiometria.pdf>
- Ayres, G. H., & Pérez, S. V. (1968). Análisis químico cuantitativo.
- Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (EPA). (2009). Secondary drinking water regulations: Guidance for nuisance chemicals. Recuperado de  
[https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-09/documents/npwdr\\_complete\\_table.pdf](https://www.epa.gov/sites/production/files/2015-09/documents/npwdr_complete_table.pdf).
- Organización Mundial de la Salud (OMS). (2011). Guidelines for drinking-water quality.  
Recuperado de  
[https://www.who.int/water\\_sanitation\\_health/publications/dwq\\_guidelines/en/](https://www.who.int/water_sanitation_health/publications/dwq_guidelines/en/)
- Association of Official Analytical Chemists (AOAC). (2016). Official Methods of Analysis of AOAC International. AOAC International.
- Bortey-Sam, N., Ikenaka, Y., Akoto, O., Nakayama, S. M. M., Baidoo, E., Yohannes, Y. B., & Mizukawa, H. (2019). Assessment of Zinc Pollution and Human Health Risks in Drinking Water Resources of Ghana. *International Journal of Environmental Research and Public Health*, 16(20), 3862. <https://link.springer.com/article/10.1007/s11356-021-12641-2>
- Biasi, L., de las Mercedes, A., Messina, D., Alejandro, G., Gómez, D., & Noemi, N. (2020). Determinación de Zinc en muestras de agua de ríos y red de la provincia de San Luis y aguas envasadas. *Diaeta*, 38(173), 38-48.

Lugo, N. T. (2017, 10 abril). El zinc y el cobre: micronutrientes esenciales para la salud humana.

<https://www.medigraphic.com/cgi-bin/new/resumenI.cgi?IDARTICULO=71461>

Pérez-Castillo, A. G., & Rodríguez, A. (2008). Índice fisicoquímico de la calidad de agua para el manejo de lagunas tropicales de inundación. *Revista de Biología tropical*, 56(4), 1905-1918.

Vista de El zinc: un elemento esencial para la vida. (s. f.).

<https://revistas.ulima.edu.pe/index.php/AgendaViva/article/view/947/899>

Alloway, B. J. (2008). Zinc in soils and crop nutrition.

Boqué, R. (2005). La selectividad en análisis químico. *Técnicas de Laboratorio*, 299, 878-881.

Zhou, Y., Yang, Y. y Zhang, Y. (2019). Evaluación de riesgos y contaminación de metales pesados en aguas superficiales y sedimentos del río Songhua, China. *Monitoreo y evaluación ambiental*, 191(11), 665.

Mayo Clinic Staff. (2021, February 18). Zinc: Benefits, dosage, and dietary sources. Mayo Clinic. <https://www.mayoclinic.org/drugs-supplements-zinc/art-20366112>

Agency for Toxic Substances and Disease Registry. (2020). Toxicological profile for zinc.

Recuperado el 18 de abril de 2023, de <https://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp60.pdf>

American Public Health Association, American Water Works Association, & Water Environment Federation. (2017).

Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (23rd ed.). Washington, DC: American Public Health Association.

Skoog, D. A., Holler, F. J., & Crouch, S. R. (2017). *Principios de análisis instrumental* (7a ed.). Cengage Learning Editores.

Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial. (2007). Resolución 2115 de 2007.

Por la cual se establecen los estándares de calidad del agua y se dictan otras disposiciones. Recuperado el 18 de abril de 2023, de

<https://www.minambiente.gov.co/images/normativa/app/resoluciones/2115-2007.pdf>

Organización Mundial de la Salud (OMS). (2011). Guías para la calidad del agua potable. Cuarta edición. Recuperado el 18 de abril de 2023, de

[https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/44584/9789241548151\\_spa.pdf](https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/44584/9789241548151_spa.pdf)

Consejo de la Unión Europea. (1998). Directiva 98/83/CE del Consejo, de 3 de noviembre de

1998, relativa a la calidad de las aguas destinadas al consumo humano. Recuperado el 18 de abril de 2023, de [https://eur-lex.europa.eu/legal-](https://eur-lex.europa.eu/legal-content/ES/TXT/?uri=CELEX:31998L0083)

[content/ES/TXT/?uri=CELEX:31998L0083](https://eur-lex.europa.eu/legal-content/ES/TXT/?uri=CELEX:31998L0083)

U.S. Food and Drug Administration (FDA). (2020). Bottled Water: Quality Standards Guidance Document. Recuperado el 18 de abril de 2023, de

<https://www.fda.gov/media/73045/download>

U.S. Environmental Protection Agency (EPA). (2021). Safe Drinking Water Act. Recuperado el

18 de abril de 2023, de [https://www.epa.gov/laws-regulations/summary-safe-drinking-](https://www.epa.gov/laws-regulations/summary-safe-drinking-water-act)  
[water-act](https://www.epa.gov/laws-regulations/summary-safe-drinking-water-act)

Food and Agriculture Organization of the United Nations (FAO). (2012). Guidelines for the Use of Wastewater in Agriculture: Revised and Updated. Recuperado el 18 de abril de 2023,

de <http://www.fao.org/3/i1688e/i1688e00.htm>

Barrido espectral. (sf). En Diccionario de términos científicos [en línea]. Recuperado el 10 de

abril de 2023, de <https://www.diccionariodelaciencia.com/barrido-espectral/>

Agency for Toxic Substances and Disease Registry. (2006). Toxicological profile for cyanide (Update). U.S. Department of Health and Human Services. Recuperado de <https://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp8.pdf>

HANNA INSTRUMENTS. (s. f.). HI 3854 Test Kit de Zinc. <https://cdn.hannacolombia.com>.  
[https://cdn.hannacolombia.com/hannacdn/support/manual/2012/10/20140707103813-manual\\_hi-3854.pdf](https://cdn.hannacolombia.com/hannacdn/support/manual/2012/10/20140707103813-manual_hi-3854.pdf)

Tabla de distribución F para 0.05. (s. f.). <http://www.uaaan.mx/>.  
<http://www.uaaan.mx/~jmelbos/tablas/distf.pdf>