

RESUMEN ANALITICO ESPECIALIZADO – RAE

1. Información General	
Tema	Química Ambiental
Título	Evaluación del contenido de metales disueltos (Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn) en aguas de La Bahía de Santa Marta, empleando un ICP-OES previa concentración y limpieza con resina NOBIAS Chelate-PA1
Autor(es)	Carlos Alexander Jaimes Monsalve
Director	Marcela Andrea Zambrano Bothía
Co-director externo	Cesar Augusto Bernal
Fuente Bibliográfica	Se referenciaron en total 72 fuentes bibliográficas. Algunas que mencionan la temática principal son: Buchman, M. (2008). Screening Quick Reference Tables (SQuiRTs). NOAA OR&R report 08-1 Seattle WA, office of response and restoration division, national oceanic and atmospheric administration. EPA. (2016). <i>National Recommended Water Quality Criteria</i>. Environmental Protection Agency of US. Retrieved from https://www.epa.gov/wqc/national-recommended-water-quality-criteria-aquatic-life-criteria-table Sohrin, Y., Urushihara, S., Nakatsuka, S., Kono, T., Higo, E., Minami, T., . . . Umetani, S. (2008). Multielemental Determination of GEOTRACES Key Trace Metals in Seawater by ICPMS after Preconcentration Using an Ethylenediaminetriacetic Acid Chelating Resin. <i>Anal. Chem.</i>, 80(16), 6267–6273. doi:10.2116/analsci.19P069 Tanaka, Y., Tusujizaca, M., Zheng, L., Takano, S., & Sohrin, Y. (2019). Application of NOBIAS Chelate PA-1 resin to the determination of zirconium, niobium, hafnium, and tantalum in seawater. 35(9). doi:10.2116/analsci.19P069 Xing, G., Sardar, M., Lin, B., & Lin, J. (2019). Análisis de metales traza en muestras de agua utilizando resinas de quelatos NOBIAS por HPLC e ICP-MS. <i>Talanta</i>, 50-56. doi:https://doi.org/10.1016/j.talanta.2019.05.041
Año	2020
Resumen	En el presente trabajo se elaboró una evaluación del contenido de metales disueltos en agua de la bahía de Santa Marta, en el departamento de Magdalena. Para poder llevar a cabo este estudio, fue necesario realizar la implementación y validación de una novedosa metodología en Colombia, para la determinación de metales disueltos en agua de mar, basada en la preconcentración y limpieza de la muestra, mediante el uso de la resina NOBIAS Chelate PA-1 y lectura por Espectrometría de Emisión Atómica con Plasma Acoplado Inductivamente (ICP-OES, por sus

	siglas en inglés). Se realizó recolección de muestras el día 10 de octubre de 2019 (época de lluvia), en nueve puntos de la Bahía de Santa Marta, y se analizaron en el Laboratorio de Calidad Ambiental Marina (LABCAM) del Instituto de Investigaciones Marinas y Costeras “José Benito Vives de Andrés” (INVEMAR), a partir de la metodología validada en el presente trabajo. La evaluación de la calidad del agua de la zona de estudio, se realizó por comparación de los resultados de Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn disueltos con las tablas de referencia para efectos agudos o crónicos sobre la biota marina (SQUIRTs) de la Administración Nacional de EUA para los Océanos y la Atmósfera (NOAA) (Buchman, 2008) y los criterios de calidad del agua recomendados por la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA, 2016) donde se encontró que los metales disueltos analizados no superaron los límites permisibles de referencia establecidos. Adicionalmente, los resultados obtenidos fueron comparados con los informes técnicos de diagnóstico y evaluación de la calidad de aguas marinas y costeras realizados por INVEMAR, publicados entre 2016 a 2020 y con cinco estudios similares elaborados en zonas costeras internacionales ubicadas en Irán e India.
Palabras Claves	Contaminación, metales disueltos, validación, toxicidad, límites permisibles.
Contenidos	Proyecto aplicado sobre la implementación y validación de una novedosa metodología en Colombia, para preconcentración y limpieza de muestras de mar con la resina NOBIAS Chelate PA-1 y posterior determinación de metales disueltos por ICP-OES, con el fin de conocer el contenido de (Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn) disueltos en agua de mar, de nueve puntos neurálgicos de la Bahía de Santa Marta. Aplicado a evaluar el grado de contaminación por comparación con los valores de referencia para efectos crónicos y agudos en organismos marinos propuesto por la NOAA (Buchman, 2008) y los criterios de calidad del agua recomendados por la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA, 2016)
2. Descripción del problema de investigación	
¿Es posible evaluar el grado de contaminación de metales disueltos (Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn) en la Bahía de Santa Marta, a partir de una metodología validada, basada en el uso de la resina NOBIAS Chelate-PA1 y su determinación cuantitativa por ICP-OES?	
3. Objetivos	
Objetivo General Evaluar el contenido de Cd, Co, Cu, Pb, Mn y Zn disueltos en agua de la bahía de Santa Marta, utilizando una metodología validada, basada en el uso de la resina NOBIAS Chelate-PA1 y determinación cuantitativa por ICP-OES. Objetivos Específicos • Implementar montaje y procedimiento, para la preconcentración de metales disueltos en	

muestras de mar, empleando la resina NOBIAS Chelate PA-1. • Validar el método para la determinación de Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn disueltos en agua de mar, basada en el uso de la resina NOBIAS ChelatePA-1 y su determinación cuantitativa por ICP-OES. • Determinar la concentración de Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn en puntos neurálgicos de la bahía de Santa Marta a través de la metodología validada. • Evaluar el nivel de contaminación de metales disueltos empleando referentes internacionales de calidad de las aguas marinas.
4. Metodología
Para el desarrollo del presente proyecto, se aplicaron dos tipos de investigación (descriptiva y evaluativa). Además, se adoptaron dos diseños, uno experimental y otro no experimental, con enfoque mixto, teniendo en cuenta que en esta investigación se trataron datos cuantitativos y cualitativos, que fueron analizados para dar respuesta a la pregunta de investigación planteada. Todos los datos fueron tratados estadísticamente con el software Excel. Se realizó un análisis estadístico descriptivo utilizando: media aritmética (promedio), desviación estándar (SD), desviación estándar relativa (%RSD), porcentaje de error (%E_r), porcentaje de recuperación (%R) y paramétrico (test de Grubbs para rechazo de datos anómalos y significancia “contaste F y prueba t para dos colas”).
5. Referentes teóricos
Se consultaron diferentes fuentes y se centró la descripción de los temas principales en la implementación y validación de la metodología con preconcentración de muestras de mar a partir de la resina NC PA-1 (Sohrin et al. 2008; Tanaka et al., 2019 y Xing et al., 2019). La lectura para la determinación de metales disueltos por ICP-OES según las normas SM 3030 B y SM 3120 B (APHA, AWWA y WEF, 2017) y la evaluación por comparación con los valores de referencia para efectos crónicos y agudos en organismos marinos propuesto por la NOAA (Buchman, 2008) y los criterios de calidad del agua recomendados por la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA, 2016).
6. Referentes conceptuales
Cadmio: Es identificado con el símbolo químico Cd, en la tabla periódica pertenece al grupo 12, de número atómico 48 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018) sus propiedades químicas son muy relacionadas con las del Zn y se encuentra generalmente con éste metal (Instituto Nacional de seguridad y salud en el trabajo INSST, 2012). Cobalto: Identificado con el símbolo químico Co, en la tabla periódica pertenece al grupo 9, de número atómico 27 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018). En la salud humana causa dolor abdominal, dificultad respiratoria, vómito (Instituto Nacional de seguridad y salud en el trabajo INSST, 2012) Cobre: Es identificado con el símbolo químico Cu, en la tabla periódica pertenece al grupo 11, de número atómico 29 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018). Manganeso: Es identificado con el símbolo químico Mn, en la tabla periódica pertenece al grupo 7, de número atómico 25 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018). Plomo: Identificado con el símbolo químico Pb, en la tabla periódica pertenece al grupo 14, de número atómico 82 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018).

Zinc: Identificado con el símbolo químico Zn, en la tabla periódica pertenece al grupo 12, de número atómico 30 (International Union Of Pure and Applied Chemistry, 2018).

7. Resultados

Los valores de precisión y veracidad alcanzados, en blancos fortificados y muestras marinas con adiciones conocidas de Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn, durante el proceso de validación, se encuentran dentro de los criterios de aceptación establecidos por el LABCAM de $RSD < 15\%$ y recuperación entre $(60 - 110)\%$; junto al set de muestras analizado en la validación, se incluyó una muestra interlaboratorio certificada, que presentó resultados satisfactorios, para todos los metales disueltos validados. Adicionalmente, la concentración de Mn, se cuantificó en los nueve puntos estudiados, siendo en Playa Batallón donde se encontró el valor más alto $(10.7 \pm 0.8) \mu\text{g Mn/L}$. Por otra parte, las concentraciones de Cd, Co, Cu, Pb y Zn, se encontraron por debajo del límite de cuantificación del método en todos los puntos.

8. Conclusiones

Se logró la implementación y validación de una novedosa metodología en Colombia, la cual contempla el montaje de un sistema manual, para la extracción y concentración de metales disueltos en agua de mar a $\text{pH } 6.00 \pm 0.05$ con el uso de la resina NC PA-1 y determinación de Cd, Co, Cu, Mn, Pb y Zn disueltos por ICP-OES según SM 3030 B y SM 3120 B con una precisión en términos de $RSD < 15\%$, y una veracidad en términos de recuperación entre $(60 - 110)\%$. Adicionalmente se calculó la incertidumbre del método en rango bajo medio y alto, a partir de la identificación de las fuentes individuales de incertidumbre según (EURACHEM/CITAC, 2012)

A partir de la metodología validada se logró determinar las concentraciones de Cd, Co, Cu, Mn, Pb, y Zn disueltos en muestras de agua de la bahía de Santa Marta, Magdalena. Los resultados fueron obtenidos a partir de muestras recolectadas el día 10 de octubre de 2019 en época de lluvia en nueve puntos comprendidos entre el área de influencia del emisario submarino (EMI), Boya 2 (BOY2), Boya 3 (BOY3), Muelle Cabotaje (MCAB), Playa municipal (PMUN), Puente calle 22 (CLL22), el área de la desembocadura del río Manzanares (BMAN), frente al río Manzanares (FMAN) hacia el extremo marítimo y Playa batallón (PBAT). Finalmente se evaluó el contenido de los metales objetivo por comparación con los valores de referencia para efectos crónicos y agudos en organismos marinos propuesto por la NOAA (Buchman, 2008) y los criterios de calidad del agua recomendados por la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA, 2016) y se encontró que estos se encuentran por debajo de las referencias internacionales.

Luego de sintetizar los resultados de Cd, Cu, Pb y Zn disueltos en aguas de la bahía de Santa Marta, publicados por INVEMAR entre el año 2014 y 2019, se evidenció que en época de lluvias las concentraciones fueron inferiores a los valores de referencia para efectos crónicos y agudos en organismos marinos propuesto por la NOAA (Buchman, 2008) y los criterios de calidad del agua recomendados por la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA, 2016); mientras que en época seca de 2015 se encontró una concentración de Zn $(101 \mu\text{g Zn/L})$ y en 2018 de Pb $(10,9 \mu\text{g Pb/L})$ que superaron los valores de referencia de $90 \mu\text{g Zn/L}$ y $8.1 \mu\text{g Pb/L}$ respectivamente (Buchman, 2008).