



ESPE
UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS
INNOVACIÓN PARA LA EXCELENCIA

DEPARTAMENTO DE CIENCIAS DE LA VIDA

CARRERA DE INGENIERÍA EN BIOTECNOLOGÍA

**TESIS PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO
EN BIOTECNOLOGÍA**

VERÓNICA ALEXANDRA VELÁSQUEZ FREIRE

**ESTANDARIZACIÓN, VALIDACIÓN Y
EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE
HIDROCARBUROS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS EN
AGUAS DEL RÍO CUYABENO.**

SANGOLQUÍ, ENERO 2014

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMAS – ESPE

Ingeniería en Biotecnología

CERTIFICADO

Quim. Erika Murgueitio MG. y Quim. Jaime Gia

CERTIFICAN

Que el trabajo titulado “**Estandarización, validación y evaluación de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas del río Cuyabeno**”, realizado por la Srta. **Verónica Alexandra Velásquez Freire**, ha sido guiado y revisado periódicamente y cumple normas estatutarias establecidas por la ESPE, en el Reglamento de Estudiantes de la Universidad de Fuerzas Armadas – ESPE.

Debido a la importancia química analítica y la calidad que aporta este proyecto de investigación si se recomienda la publicación.

El mencionado trabajo consta de un documento empastado y dos disco compactos el cual contiene los archivos en formato portátil de Acrobat (pdf).

Autorizan a la Srta. **Verónica Alexandra VelásquezFreire** que lo entregue a **Dra. María Augusta Chávez M.S.c**, en su calidad de Coordinadora de la Carrera

Sangolquí, 27 de enero del 2014

Quím. Érika Murgueitio MG.

DIRECTOR

Quím. Jaime Gia

CODIRECTOR

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS ESPE
INGENIERA EN BIOTECNOLOGÍA

DECLARACIÓN DE RESPONSABILIDAD

VERÓNICA ALEXANDRA VELÁSQUEZ FREIRE

DECLARO QUE:

El proyecto de grado denominado **“Estandarización, validación y evaluación de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas del río Cuyabeno”**, ha sido desarrollado en base a una investigación exhaustiva, respetando derechos intelectuales de terceros, conforme las citas que constan al pie de las páginas correspondiente, cuyas fuentes se incorporan en la bibliografía.

Consecuentemente este trabajo es de mi autoría.

En virtud de esta declaración, me responsabilizo del contenido, veracidad y alcance científico del proyecto de grado en mención

Sangolquí, 27 de enero del 2014

Verónica Alexandra Velásquez Freire

UNIVERSIDAD DE LAS FUERZAS ARMADAS

ESPE

Ingeniería en Biotecnología

AUTORIZACIÓN

Yo, Verónica Alexandra Velásquez Freire

Autorizo a la Universidad de las Fuerzas Armadas – ESPE la publicación, en la biblioteca virtual de la Institución del trabajo **“Estandarización, validación y evaluación de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas del río Cuyabeno”**, cuyo contenido, ideas y criterios son de mi exclusiva responsabilidad y autoría

Sangolquí, 27 de enero del 2014

Verónica Alexandra Velásquez Freire

DEDICATORIA

Esta tesis se la dedico principalmente a mi papito Dios, por ser la razón de mi felicidad, por darme su amor incondicional y por guiar cada paso de mi vida con la certeza de que está a mi lado a cada momento y es por ello que he alcanzado cada sueño.

A mi mamita Lyle Freire por darme su ternura, preocupación y estar conmigo siempre en los buenos y malos momentos, por ser el mejor regalo que Diosito me ha dado, ya que usted es mi ejemplo enseñando cada día el significado del verdadero amor.

A mi papi Luis Eduardo Velásquez por ser mi primer maestro, por darme su apoyo, consejos, comprensión, cariño e indicándome que con perseverancia, dedicación y responsabilidad se puede alcanzar las metas.

A mi princesa Doménica Velásquez mi gran amor, por llenar mi vida de alegría y por ser mi motivación para nunca rendirme y poder llegar a ser un ejemplo para ella.

Todo lo puedo en Cristo que me fortalece Filipenses 4:13

Verónica Alexandra Velásquez Freire

AGRADECIMIENTO

A Dios por haberme acompañado y guiado a lo largo de mi carrera, por ofrecerme una vida llena de aprendizajes, experiencias y ser mi fortaleza en los momentos difíciles, gracias por concederme mis anhelos de mi corazón

De manera especial y sincera quisiera expresar mi agradecimiento a la Directora de esta investigación Quím. Érika Murgueitio MG. por su apoyo constante y por su capacidad para guiarme en esta investigación, También quiero agradecer el apoyo recibido de mi Codirector Quím. Jaime Gia por haberme facilitado siempre los medios suficientes para llevar a cabo todas las actividades propuestas durante el desarrollo de esta tesis, por todas sus aportaciones, recomendaciones y sugerencias.

Deseo hacer explícito mi más profundo agradecimiento al Doc. Germánico, Doc. Carlitos y Raquel por su paciencia, disponibilidad y generosidad para compartir su experiencia y amplio conocimiento. Su colaboración fue de gran ayuda durante mis estancias en el laboratorio CENTROCESAL.

A mis Padres Eduardo y Lyle por el apoyo incondicional que me dieron en todo momento, de igual forma a mis abuelitos Manuel y Angelita que con su sabiduría influyeron en mi madurez dándome consejos, apoyo y ánimo, aunque no están físicamente conmigo, siempre están en mis recuerdos y en mi corazón.

A mi hermano Alejandro por ser parte importante de mi vida y por estar siempre conmigo, también quiero agradecer a mi sobrinita Doménica, primitos Samanta, Juanito y Sebas por llenar mi vida de alegrías y amor; y a mi tía Marcela por ayudarme en todo momento, por brindarme siempre su amistad y su apoyo.

A mis tías, tíos y primos por ser parte importante de mi vida y representar la unidad familiar, especialmente a mi tía Charito por estar siempre pendiente de cada miembro de la familia.

A Nahita, por ser la mejor amiga del mundo, por ser mi hermanita querida, por darme su cariño y su apoyo incondicional, por siempre estar conmigo en las buenas y en las malas, sobre todo por su paciencia sus consejos, sus oraciones para que yo pudiera lograr mis sueños, por motivarme y darme la mano cuando sentía que no tenía fuerzas para continuar.

A Jenny mi gran amiga, mi cómplice en cada locura, por brindarme su apoyo, su amistad sincera y sus ocurrencias, por compartir momentos de alegría, tristeza y demostrarme que siempre podré contar con ella.

A mis amigos Fersita, Gordita, Siamesita, Panita, Edy, Luchito y Adry por brindarme su amistad y apoyarme siempre.

Verónica Alexandra Velásquez Freire

ÍNDICE DE CONTENIDOS

CERTIFICADO	i
DECLARACIÓN DE RESPONSABILIDAD	ii
AUTORIZACIÓN	iii
DEDICATORIA	iv
AGRADECIMIENTO	v
ÍNDICE DE CONTENIDOS	vii
LISTA DE TABLAS	xi
LISTA DE FIGURAS	xiii
LISTA DE ANEXOS	xvi
NOMENCLATURA	xvii
ESTANDARIZACIÓN, VALIDACIÓN Y EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE HIDROCARBUROS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS EN AGUAS DEL RÍO CUYABENO	1
1.1 Formulación del problema	1
1.2 Justificación o importancia del problema a resolver	4
1.3 Objetivos de la investigación	6
1.3.1 Objetivo general	6
1.3.2 Objetivos específicos	6
1.4 Marco referencial	7
1.4.1 Descargas que contaminan los ríos	7

	viii
1.4.2 Parámetros físico-químicos del agua	9
1.4.3 Hidrocarburos aromáticos policíclicos	15
1.4.4 Métodos de análisis de HAP'S	19
1.4.5 Validación analítica	31
1.5 Hipótesis	35
CAPÍTULO 2 : METODOLOGÍA.....	36
2.1 Participante	36
2.2 Zona de Estudio	36
2.3 Período de tiempo de investigación	37
2.4 Diseño del estudio.....	38
2.5 Procedimiento	39
2.5.1 Trabajo en campo	39
2.5.2 Trabajo en el laboratorio.....	42
2.5.3 Estandarización del método para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos.....	46
2.5.4 Protocolo de validación	47
CAPÍTULO 3 : Resultados	76
3.1 Parámetros físico-químicos.....	76
3.2 Índice de Calidad de Agua	77
3.3 Estandarización del método.....	78
3.3.1 Tiempo de retención.....	78

3.3.2 Condición # 1 y Condición # 2 (optimización).....	79
3.3.3 Análisis de los cromatogramas.....	80
3.4 Parámetros de validación.....	94
3.4.1 <i>Función de respuesta / linealidad</i>	94
3.4.2 <i>Límites de confianza</i>	98
3.4.3 <i>Límite de detección y cuantificación</i>	99
3.4.4 <i>Precisión</i>	100
3.4.5 <i>Exactitud</i>	102
3.4.6 <i>Intervalo de trabajo</i>	104
3.4.7 <i>Incertidumbre</i>	105
3.4.8 <i>Elaboración del informe y declaración del método validado</i>	108
CAPÍTULO 4 : Discusión	109
4.1 Río Cuyabeno	109
4.1.1 <i>Parámetros físico-químicos</i>	109
4.1.2 <i>Índice de calidad del agua particular</i>	111
4.2 Estandarización del método	113
4.3 Parámetros de validación.....	115
4.3.1 <i>Función de respuesta / linealidad</i>	115
4.3.2 <i>Límites de confianza</i>	117
4.3.3 <i>Límite de detección y cuantificación</i>	118
4.3.4 <i>Precisión</i>	118

4.3.5 <i>Exactitud</i>	119 ^x
4.3.6 <i>Incertidumbre</i>	120
CAPÍTULO 5 : Conclusiones.....	121
CAPÍTULO 6 : Recomendaciones	123
CAPÍTULO 7 : BIBLIOGRAFÍA	124
ANEXOS	136

LISTA DE TABLAS

Tabla.1.1 Estándares de los parámetros físicos-químicos, establecidos por agencias ambientales internacionales y nacionales.	11
Tabla.1.2 Escala de clasificación de la calidad del agua.....	12
Tabla.1.3 Peso molecular (PM) de los 16 HAP'S incluidos en la lista de contaminantes de estudio prioritarios de la EPA.....	17
Tabla.1.4 Los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos considerados por la EPA, OMS y UE como contaminantes prioritarios; con su estructura y formula de la molécula respectivamente.....	18
Tabla.1.5 Características de las diferentes clases de cromatografías líquidas de alta resolución.....	20
Tabla.1.6 Aplicaciones típicas de la cromatografía de reparto de alta resolución.	22
Tabla. 2.1 Parámetros y metodología de análisis.....	41
Tabla. 2.2 Parámetros y métodos de análisis.....	42
Tabla. 2.3 ICA'S particulares para cada parámetro físico-químico	44
Tabla. 2.4 Rango de clasificación del ICA	45
Tabla. 2.5 Concentraciones de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos en cada nivel.....	51
Tabla. 2.6 Fijación de objetivos de validación para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos.	55
Tabla. 2.7 Esquema para el análisis simple de varianza.....	63
Tabla. 2.8 Análisis simple de varianza (ANOVA).....	65
Tabla. 2.9 Fuentes de incertidumbre	68

Tabla. 3.1 Datos de los análisis físico-químicos obtenidos el 15 de agosto del 2013.....	76
Tabla. 3.2 Datos de los análisis físico-químicos obtenidos el 10 de octubre del 2013.....	76
Tabla. 3.3 Resultados del Índice de Calidad de Agua de los parámetros físico-químicos establecidos	77
Tabla. 3.4 Tiempos de retención	78
Tabla. 3.5 Coeficiente de correlación al cuadrado (R^2) de las dos condiciones del HPLC.....	79
Tabla. 3.6 Limite de confianza de la pendiente y el intercepto de los 16 HAP´S.....	98
Tabla. 3.7 Resultados del cálculo del límite de detección y cuantificación de los 16 HAP´S	99
Tabla. 3.8 Resultados del análisis de precisión del método para la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos.	101
Tabla. 3.9 Resultados del porcentaje de recuperación de los 16 HAP´S ..	103
Tabla. 3.10 Intervalos de trabajo de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos	104
Tabla. 3.11 Resultados de las incertidumbres en la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos	105

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.1 Degradación de la materia orgánica por microorganismos del agua.....	13
Figura 1.2 Cromatografía de intercambio iónico	23
Figura 1.3 Cromatografía de exclusión por tamaño	24
Figura 1.4 Cromatografía líquida de alta resolución.....	25
Figura 2.1 Mapa de la Provincia de Sucumbios	37
Figura 2.2 Localización geográfica de los sitios de muestreo del agua del río Cuyabeno.	39
Figura 2.3 Equipo de Filtración a) y Manifoldb).....	49
Figura 2.4 Sistema HPLC a) y Rotavapor b).....	50
Figura 3.1 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la primera concentración del estándar.....	81
Figura 3.2 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la segunda concentración del estándar	82
Figura 3.3 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la tercera concentración del estándar.....	83
Figura 3.4 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la cuarta concentración del estándar	85
Figura 3.5 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la quinta concentración del estándar	86
Figura 3.6 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la sexta concentración del estándar	87
Figura 3.7 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la primera concentración del estándar.....	88

Figura 3.8 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la segunda concentración del estándar	89
Figura 3.9 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la tercera concentración del estándar	90
Figura 3.10 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la cuarta concentración del estándar	91
Figura 3.11 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la quinta concentración del estándar	92
Figura 3.12 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la sexta concentración del estándar	93
Figura 3.13 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenatreno y antraceno....	95
Figura 3.14 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del fluoranteno, pireno, criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno y benzo (k) fluoranteno	96
Figura 3.15 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, Indeno (1,2,3, c-d) pireno y benzo (g,i,h) perileno	97
Figura 3.16 Fuentes de incertidumbre (concentración vs incertidumbre) del naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenatreno, antraceno fluoranteno, pireno,	107
Figura 3.17 Fuentes de incertidumbre (concentración vs incertidumbre) del criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno, benzo (k) fluoranteno	

benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, Indeno (1,2,3, c-d) pireno y benzo	
(g,i,h) perileno.....	108

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1: DATOS METEOROLÓGICOS	136
Anexo 2: HOJA DE CAMPO	140
Anexo 3: CADENA DE CUSTODIA	141
Anexo 4: INFORME DE CALIBRACIÓN DE MICROPIPETAS	142
Anexo 5: INFORME DE CALIBRACIÓN DE LOS MATERIALES VOLUMÉTRICOS	143
Anexo 6: CERTIFICADO DEL CONTROL DE CALIDAD DE LA MUESTRA O (MRC).....	144
Anexo 7: CERTIFICADO DEL ESTÁNDAR MIXER.....	145
Anexo 8: DATOS OBTENIDOS DEL ANÁLISIS DE LA LINEALIDAD EN LOS TRES DÍAS.....	146
Anexo 9: DATOS PROMEDIOS OBTENIDOS EN LA LINEALIDAD	162
Anexo 10: INFORMACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN MEDIA DE LOS ESTÁNDARES	178
Anexo 11: RESULTADOS DE COEFICIENTES DE VARIACIÓN Y PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN	183
Anexo 12: DATOS PARA EL CÁLCULO DE LOS COEFICIENTES DE VARIACIÓN Y PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE LA PRECISIÓN Y LA EXACTITUD.....	189
Anexo 13: INFORME Y DECLARACIÓN DE VALIDACIÓN	206

NOMENCLATURA

A:Alcalinidad

°C:Grados centígrados

CaCO₃:Carbonato de calcio

CE: Conductividad Eléctrica

CO₃²⁻: Carbonato

CV_R: Coeficiente de variabilidad de la reproducibilidad

CV_r: Coeficiente de variabilidad de la repetibilidad

DBO₅: Demanda bioquímica de oxígeno en cinco días

DCM: Diferencias cuadráticas medias

DMS:Grados, Minutes, Segundos

EPA: Environmental Protection Agency

GPS: Sistema de Posicionamiento Global

HAP´S: Hidrocarburos aromáticos policíclicos

HCO₃⁻:Bicarbonato

HPLC: Cromatografías Líquidas de Alta Eficiencia.

IARC:Agencia Internacional para la Investigación sobre el Cáncer

ICA:Índice de Calidad de Agua

I_{CE}: Índice de Calidad de Agua de la conductividad eléctrica

I_{DBO5}: Índice de Calidad de Agua de la demanda bioquímica de oxígeno

INAMHI: Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología

INEN: Instituto Ecuatoriano de Normalización

I_{OD}: Índice de Calidad de Agua del oxígeno disuelto

I_{pH}: Índice de Calidad de Agua del potencial de hidrogeno

ISO: Organización Internacional de Estandarización

L / s: Litros sobre segundos

lbs / in²: Libra-fuerza por pulgada cuadrada

LC: Límite de Cuantificación

LD: Límite de Detección

L₀: Intercepto

m: Pendiente

m³ / s: Metros cúbicos sobre segundos

meq / L: Miliequivalentes sobre litros

mg / L: Miligramos sobre litro

mL / min: Mililitros sobre minutos

MR: Material de referencia

MRc: Material de referencia certificado

MRs; Material de referencia enriquecido

N: Normal

NSF: National Sanitation Foundation

OAE: Organismo de Acreditación Ecuatoriano

OD: Oxígeno Disuelto

OH⁻: Hidroxilo

OMS: Organización Mundial de la Salud

pH: Potencial de hidrógeno

Ppm: Partes por millón

SDC: Suma de diferencias cuadráticas

S_L: Desviación estándar del intercepto

S_{L,p}: Desviación estándar residual

S_m: Desviación estándar de la pendiente

S_R: Desviación estándar de la reproducibilidad

S_r: Desviación estándar de la repetibilidad

T_c: Temperatura de campo

T_{sat}: Temperatura de saturación

TULSMA: Texto Unificado de Legislación Ambiental del Ministerio del Ambiental

μ: Incertidumbre

μg / L: Microgramos sobre litro

μL / min: Microlitros sobre minutos

μmhos / cm: Microhos sobre centímetro

μs / cm: Microsiemens sobre centímetro

RESUMEN

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos son compuestos muy débilmente polares, se caracteriza por ser liposolubles y se consideran como indicadores de la contaminación, ya que describen y evalúan el estado de determinados factores ambientales; los altos niveles de estos compuestos en el entorno terrestre como acuático se atribuyen a la polución de la actividad petrolera, esto ha generado un impacto negativo tanto al ambiente como a los seres vivos que tiene contacto con el hábitat contaminada. En nuestro país; la zona nororiental amazónica ha recibido por varios años el impacto de la explotación petrolera, contaminando los recursos hídricos, entre los ríos que se han visto afectados se encuentra el río Cuyabeno. El propósito de esta investigación fue desarrollar un procedimiento estandarizado y validado para la determinación y cuantificación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, también se realizó la evaluación de la calidad del agua del río Cuyabeno. De acuerdo a los parámetros físico-químicos analizados se determinó que las aguas del río Cuyabeno son aceptables para el desarrollo de la fauna y flora; aunque presenta poca contaminación en la determinación del Índice de Calidad del Agua. Se Validó el método EPA 550.1 determinando y demostrando el cumplimiento de los siguientes parámetros: precisión, estimación de la incertidumbre, límites de detección y cuantificación, intervalo de trabajo, linealidad y exactitud del método

Palabras claves: Hidrocarburos aromáticos policíclicos, Índice de calidad de Agua, linealidad, precisión y exactitud

ABSTRACT

The polycyclic aromatic hydrocarbons are very weakly polar compounds, they are characterized by being soluble and are considered as indicators of pollution, due to they described and evaluated the state of certain environmental factor, the highest levels of these compounds in the terrestrial environment as well the aquatic are attributed to the oil industry, this has generated a negative impact on both the environment and the human beings who have contact with the polluted habitat. In our country, the northeastern Amazon has received the impact of oil exploitation for several years, polluting water resources, including Cuyabeno River and others that have been affected. The purpose of this research was to develop a standardized and validated procedure for the identification and quantification of polycyclic aromatic hydrocarbons in water for human consumption, evaluating also Cuayabeno's water quality. According to the physicochemical parameters that were analyzed, it was determined that the waters of Cuyabeno River are acceptable for the development of wildlife, although it has little pollution in determining the Water Quality Index. The EPA 550.1 method was validated determining and demonstrating compliance of the following parameters: precision, uncertainty estimation, detection and quantification limits, working range, linearity and accuracy of the method

Key words: polycyclic aromatic hydrocarbons, water quality index, linearity precision and accuracy.

ESTANDARIZACIÓN, VALIDACIÓN Y EVALUACIÓN DE LA CONCENTRACIÓN DE HIDROCARBUROS AROMÁTICOS POLICÍCLICOS EN AGUAS DEL RÍO CUYABENO

1.1 Formulación del problema

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP'S) se forman durante el proceso de pirolisis o combustión incompleta de materia orgánica y en procesos petrogénico, los podemos encontrar en las emisiones vehiculares, procesos industriales, en el aire, agua, suelos y alimentos contaminados; también se originan de forma natural en las erupciones de volcanes. Se consideran como compuestos peligrosos, por su gran toxicidad y se caracterizan por ser lipofílicos; si la masa molecular de estos compuestos aumenta, mayor es su tendencia a ser sustancias lipofílicas, por esta razón tienen la facilidad de unirse a tejidos adiposos generando efectos fisiopatológicos en los humanos y en los animales (Agudo, 2009).

En 1775 se manifestó los primeros hallazgos de afecciones ocasionados por hidrocarburos aromáticos policíclicos en el campo laboral, médicos británicos Sir Percival Pott y John Hill, observaron e informaron del cáncer de piel del escroto en trabajadores que estaban expuestos por largo plazo al hollín (Rodríguez, 2009).

La Agencia Internacional para la Investigación sobre el Cáncer (IARC) afirmó, que algunos de los hidrocarburos aromáticos policíclicos son carcinógenos, y tienen la capacidad de aumentar el efecto carcinogénico de otros HAP'S (Garavito, 2006). La legislación internacional como la Organización Mundial de la Salud (OMS) ha establecido estándares de calidad y muestra un gran interés por la contaminación de compuestos orgánicos (HAP'S), de igual manera las Normas ISO (Organización Internacional de Estandarización) 14001 regulan la contaminación ambiental.

Los altos niveles de HAP'S en el entorno terrestre como acuático se atribuyen a la actividad petrolera (Ching, Aiken, & Danielsen, 1997), ya que desde sus inicios, el medio en que se ha desarrollado esta actividad se ha visto afectado por derrames de petróleo, por la mala extracción petrolera, por accidentes en los tanques de almacenamiento o en los oleoductos y en las prácticas de exploración como explotación del petróleo, generando un impacto negativo tanto al ambiente como a los seres vivos que tiene contacto con el hábitat contaminada (Torres & Zuluaga, 2009).

El derramamiento del petróleo y la mala práctica que se ha llevado a cabo en todo el ciclo de vida del petróleo, desde la exploración hasta la obtención de crudo, ha producido gran contaminación medioambiental, las consecuencias que se han generado han sido devastadoras, como ocurrió en el derrame de petróleo del Exxon Valdez, en Alaska, más de 900 nutrias marinas fueron afectadas, presentando los siguientes síntomas: hipotermia (debido a la reducción drástica de las propiedades aislantes de su piel),

letargo, diarrea y hemorrágica, también se determinó que la mayor parte de nutrias presentaban enfisema, que es un tipo de enfermedad pulmonar. Independientemente del grado de contaminación las nutrias perecieron (Lipscomb, Harris, Reba, Ballachey, & Haebler, 1996; Sebastian, & Hurting 2004).

En América Latina se han realizado varios estudios sobre la contaminación petrolera y sus consecuencias. En Bolivia se analizó agua con HAP'S mediante cromatografía de gases, revelando que las concentraciones HAP'S superaban el valor límite establecido por la normativa europea y estadounidense, para el consumo humano, estas contaminaciones tanto de agua como de suelo se podría deber por los derrames de petróleo (González, et al; 2010).

En nuestro país; la zona nororiental amazónica ha recibido por varios años el impacto de la explotación petrolera, inclusive antes de 1993 las políticas encargadas de la protección ambiental y de la reducción de los efectos desastrosos y contaminantes de las industrias petroleras, no estaban claramente determinadas (FLACSO, 2003).

En 1964 la empresa petrolera encargada de la exploración y explotación del petróleo en nuestro país fue CHEVRON-Texaco, presentando muchos inconvenientes, como tecnologías obsoletas y una alta contaminación ambiental. Las principales irregularidades que presentaba fue la construcción de piscinas sin recubrimientos, el descargue a fuentes

naturales de las aguas de formación sin ser tratadas, la quema incompleta del gas y el ocultamiento de los derrames (Fajardo & Heredia, 2010).

Como producto de la contaminación petrolera, la calidad del agua, suelos, alimentos, plantas, animales y personas de esta región fueron afectados severamente; los principales problemas de salud que se encontraron fueron: hongos en la piel, irritación nasal, dolor de garganta y de cabeza, irritación de ojos, dolor de oídos, diarrea y gastritis (San, et al; 2001; Muñoz, Barriga, Cabrera, Vera & López, 2010).

La legislación ambiental ecuatoriana como el reglamento sustitutivo del reglamento ambiental para las operaciones hidrocarburíferas en el Ecuador, decreto 1215 Registro Oficial 265 de 13 de febrero del 2001 y el Texto Unificado de Legislación Ambiental del Ministerio del Ambiente (TULSMA), Libro VI, visualiza el monitoreo, evaluación y regulación de los HAP'S.

En base a lo expuesto, es necesario desarrollar un procedimiento estandarizado y validado para la determinación y cuantificación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano.

1.2 Justificación o importancia del problema a resolver

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos son considerados indicadores de la contaminación, al describir y evaluar el estado de determinados factores ambientales, comparten una base común de evidencia en información

cuantitativa, confiable y selecta, permitiendo que esta se pueda considerar en la toma de decisiones (Ministerio Del Medio Ambiente, 1998).

Tomando en cuenta que la Amazonía ecuatoriana está sujeta a grandes poluciones ambientales debido al derramamiento del petróleo y por la mala práctica de esta actividad; las poblaciones, fauna y flora que se encuentran en los alrededores de los pozos petroleros, están expuestas a dichas contaminaciones, este problema genera intereses políticos, económicos y sociales, ya que la preocupación ambiental en esta época es primordial, debido a que se han observado las consecuencias irreparables contra el planeta. En nuestro país se han generado técnicas de determinación, remediación, y prevención de la contaminación; por estas razones es importante determinar si existe o no contaminación en los lugares que han estado expuestos a derrames petroleros para que en un futuro se tomen medidas sobre esta problemática.

El análisis de hidrocarburos en aguas y suelos, debe estar sujeto a normas de control, para que los resultados reportados indiquen confianza y veracidad.

En este sentido con ayuda del laboratorio CENTROCESAL Cía. Ltda. esta tesis pretende implementar un método analítico, para evaluar la concentración de HAP'S en aguas y que este proporcione confiabilidad en los resultados y a la vez el cumplimiento de la norma 17025.

La norma NTE INEN ISO/IEC 17025: 2006 regula los parámetros para realizar un proceso de validación, y obtener una gestión de calidad adecuada; es importante que todo laboratorio que varezalizar dicho proceso debe aplicar métodos y procedimientos apropiados para todo tipo de ensayos. La importancia de la validación analítica es determinar si el método que se está empleando funciona correctamente, es decir si el método en consideración es apto para lo que demanda la aplicación. Esta investigación nos proporciona confiabilidad en los resultados ya que el método que va hacer validado debe ser reproducible, y sobre todo sensibles, es decir, que permitan alcanzar los niveles de detección y cuantificación lo más bajo posible, tratando de que éstos sean inferiores a los que marque la normatividad.

1.3 Objetivos de la investigación

1.3.1 Objetivo general

Estandarizar, validar y evaluar la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas del río Cuyabeno.

1.3.2 Objetivos específicos

- Estandarizar el método EPA (Environmental Protection Agency) 550.1 para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en

aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detección ultravioleta y fluorescencia.

- Validar el método EPA 550.1 determinando los siguientes parámetros y protocolos aplicables: selectividad, sensibilidad, precisión (repetibilidad y reproducibilidad), estimación de la incertidumbre, límites de detección y cuantificación, intervalo de trabajo, linealidad y exactitud del método.
- Establecer reportes de validación del método EPA 550.1 para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detección ultravioleta y fluorescencia.
- Levantar información ambiental sobre la calidad del agua del río Cuyabeno.
- Evaluar la concentración de los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP'S) en el río Cuyabeno.

1.4 Marco referencial

1.4.1 Descargas que contaminan los ríos

Son aquellos efluentes que transportan aguas residuales de diferente origen, desembocando en un receptor que puede ser un río o cuerpo hídrico,

y de esta manera causa contaminación al receptor. Para conocer qué cantidad de desecho puede ser tolerado por un cuerpo hídrico y determinar cuál fue la variación de la calidad del agua; es preciso conocer el tipo de descargas y los efectos que causan al agua (Yungán, 2010).

1.4.1.1 Descargas agrícolas y ganaderas

La actividad agrícola y ganadera ocupa aproximadamente el 70% de todas las fuentes de suministro de agua, y se considera que estas descargas son de carácter difusas (Escobar, 2002).

En la agricultura al utilizar plaguicida, alrededor del 1 % alcanza al organismo “blanco”, mientras que el 25 % se deposita en el follaje, el 30 % llega al suelo y el 44 % por medio de la escorrentía y lixiviación se dirige a la atmósfera y a los recursos hídricos como ríos, mares, océanos, otros (Brady & Weil 1996).

1.4.1.2 Descargas industriales

En las industrias utilizan gran cantidad de agua en sus procesos, por lo tanto, los efluentes industriales se caracteriza por poseer: materia en suspensión, materia orgánica disuelta o en suspensión, elementos tóxicos disueltos, aceites, grasas, hidrocarburos, metales pesados, su pH generalmente es ácido y su temperatura es superior a la del receptor (Cabello & Hervás, 2001).

1.4.1.3 Descargas urbanas

La contaminación de los cuerpos hídricos debido a actividades urbanas, se presenta por el aumento de la salinidad en el agua, adición de materia orgánica y contaminación biológica, (Cabello & Hervás, 2001) ya que existen aguas residuales procedentes de usos domésticos (limpieza y cocina) que contiene materiales orgánicos, grasas, sales, detergentes, nutrientes, otros y aguas residuales de sanitarios, que poseen jabones, geles, champús y aguas negras (procedentes del metabolismo humano: sólidos, materia orgánica, nutrientes, sales, organismos patógenos) (Alianza por el agua, 2008).

1.4.2 Parámetros físico-químicos del agua

El agua se caracteriza, por ser un buen disolvente orgánico e inorgánico y por tener la capacidad para desarrollar vida. En el agua podemos encontrar gran cantidad de sustancias sólidas, líquidas y gaseosas, que pueden modificar sus propiedades, debido a estas modificaciones se realizan tantos análisis cualitativos como cuantitativos para poder determinar el tipo de alteración y sus consecuencias, el origen de estas alteraciones de la calidad de agua pueden ser por la acción de la naturaleza o por la actuación humana derivada de las actividades industriales, agropecuarias, doméstica, otros. Estos análisis se deben realizar a todo tipo de aguas, independientemente del uso al que vayan a ser destinadas (Jiménez & Barba, 2000).

1.4.2.1 Caudal

Para determinar el grado de polución de un río, es necesario conocer el caudal, ya que este permite cuantificar la carga del contaminante en el agua. El caudal se expresa en metros cúbicos sobre segundos (m^3/s) o litros sobre segundos (L/s) (Hudson, 1997). Se define como el volumen del líquido que pasa por una corriente de agua en una unidad de tiempo (Harris C. D., 2007).

1.4.2.2 Alcalinidad

Es la capacidad que tiene una solución de reaccionar con los iones hidrógeno del agua, neutralizando los ácidos y se debe especialmente por los iones carbonato (CO_3^-), bicarbonato (HCO_3^-), boratos, fosfatos, silicatos y oxidrilos. Se determina por medio de la titulación con ácido sulfúrico 0,02 N y se expresa en miligramos sobre litro de carbonato de calcio (mg/L ($CaCO_3$)) (Barona, 2009).

1.4.2.3 Conductividad

La conductividad eléctrica es un indicador de la calidad del agua superficial, que mide indirectamente las impurezas, con una relación directamente proporcional con los sólidos totales disueltos (ACUMAR, 2010).

Las variaciones de la temperatura aumenta la disolución de las sales, generando cambios en la conductividad (Bergara, et al., 2007). Los compuestos orgánicos como petróleo o alcohol no afectan en gran cantidad a la conductividad.

Las unidades de la conductividad con las que se representa son micro-siemens sobre centímetro ($\mu\text{S}/\text{cm}$) (EPA, 1993). Para determinar la calidad de agua, la Organización Mundial de la Salud (OMS) como la legislación ambiental ecuatoriana estableció estándares de ciertos rangos permisibles para algunos de los parámetros en el análisis del agua superficial, como se muestra en la Tabla 1.1.

Tabla.1.1 Estándares de los parámetros físicos-químicos, establecidos por agencias ambientales internacionales y nacionales.

Parámetro	OMS/ EPA USA	TULSMA/INEN Ecuatoriana
Conductividad ($\mu\text{S}/\text{cm}$)	Se recomienda como máximo entre 250 y 500	No se menciona
Oxígeno Disuelto (OD)(mg/L)	> 6,5	> 6
Temperatura (°C)	No hay valor reportado pero se sugiere baja	< 20°

Fuente: López, Nevels & Kadin, 2011

1.4.2.4 *Demanda bioquímica de oxígeno (DBO₅)*

La demanda bioquímica de oxígeno es un parámetro importante en la determinación de los efectos de la contaminación, este análisis se utiliza para el control de la calidad de agua (Tabla 1.2).

Los afluentes que modifican la cantidad de oxígeno presente en las corrientes hídricas, son las descargas de aguas residuales industriales y/o municipales. La DBO_5 se expresa en partes por millón (ppm) de oxígeno (Semarnat, 2010).

Tabla.1.2 Escala de clasificación de la calidad del agua

Criterio (mg/L)	Clasificación	Color
Demanda Biológica De Oxígeno (DBO_5)		
$DBO_5 \leq 3$	Excelente No contaminada	Azul
$3 < DBO_5 \leq 6$	Buena calidad Aguas superficiales con bajo contenido de materia orgánica biodegradable	Verde
$6 < DBO_5 \leq 30$	Aceptable Con indicio de contaminación. Aguas superficiales con capacidad de autodepuración o con descargas de aguas residuales	Amarillo
$30 < DBO_5 \leq 120$	Contaminada Aguas superficiales con descargas de aguas residuales crudas, principalmente de origen municipal	Naranja
$DBO_5 > 120$	Fuertemente contaminada Aguas superficiales con fuerte impacto de descargas de aguas residuales crudas municipales y no municipales	Rojo

Fuente: Semamat, 2010.

El DBO_5 es la capacidad de medir la cantidad necesaria de oxígeno que requieren las bacterias para degradar la materia orgánica en condiciones aerobias adecuadas, (el consumo de oxígeno se expresa en 5 días a una temperatura de 20°C aproximadamente), como se muestra en la Figura 1.1 (Valencia, 2007).

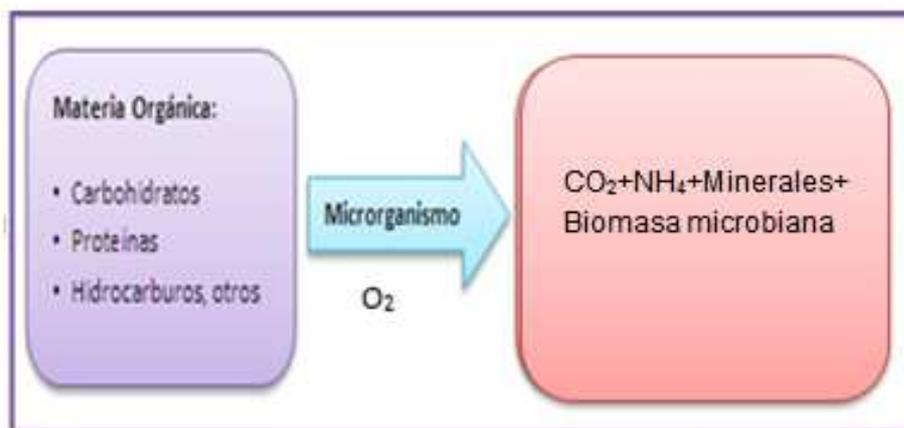


Figura 1.1 Degradación de la materia orgánica por microorganismos del agua (Cisterna & Peña, S.F).

1.4.2.5 Oxígeno disuelto (OD)

Generalmente el oxígeno proviene de la atmósfera, se considera que este gas es uno de los principales gases disueltos en agua y gracias a este se ha podido establecer las condiciones de aerobiosis del agua (Doria, Daza, Deluque, López, & Serna, 2008). Si existe concentraciones menores de 5 ppm de oxígeno disueltos, especies acuáticas pueden desaparecer de su hábitat, generando una alteración en el ecosistema acuático (Belart, 2008).

Es un parámetro que se puede determinar “*in situ*”o en el laboratorio y se utiliza como un indicador de la calidad del agua, se denomina oxígeno disuelto a la cantidad de oxígeno que se encuentra presente en el agua, se expresa en mg/L de oxígeno disuelto (Rodríguez & Stachetti, 2007).

La concentración de oxígeno disuelto en agua depende de la salinidad, temperatura, altitud, actividad biológica y de la presión (Herrera, 2005).

1.4.2.6 Potencial de hidrógeno (pH)

La determinación del pH es importante ya que influye notablemente en el desarrollo de la vida acuática, el pH mide la concentración de los iones hidrógeno, siendo un indicador de la acidez o alcalinidad de las sustancias. El pH se incrementa en presencia de sales de base fuertes y ácidos débiles, en cambio en presencia de sales de bases débiles y ácidos fuertes se disminuye el pH (Mamani, 2012).

El pH es el logaritmo negativo base 10 de la concentración de iones hidrógeno, El estándar de calidad de agua en la conservación de la flora y fauna, según las normas de Calidad Ambiental y Descargas de Efluentes Ecuatorianas, libro IV, Anexo 1, Tabla 3, determina que el rango permisible del pH es de 6,5 a 9, si existe una variación de este rango, el agua puede ser muy ácida o alcalina para el desarrollo de la vida acuática, las aguas residuales de industrias petroleras, pueden generar una variación en el pH del agua.

1.4.2.7 Temperatura

Se define como la medida de calor o energía térmica de las partículas de una sustancia. Es un parámetro "*in situ*" y su determinación es por termometría, se expresa en grados centígrados (°C). Es un parámetro importante, ya que interviene en los diversos procesos en el agua. Al modificar la temperatura, la absorción de oxígeno, la actividad biológica y los sólidos disueltos cambian notablemente. Un aumento de temperatura

causado por descargas de aguas calientes puede generar daño al hábitat acuático (Jiménez & Barba, 2000).

1.4.3 Hidrocarburos aromáticos policíclicos

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos se pueden formar de distintas maneras, de forma industrial como el antraceno y el pireno, de la combustión incompleta de material orgánico (pirogénico), transformación de material orgánico a combustible fósil (petrogénico), transformación de ciertos compuestos orgánicos en suelos y sedimentos (diagénico), y directamente de la síntesis de organismos (biogénico) (Borabe, et al; 2006).

- a) *Origen pirogénico.*-Procedente de la combustión incompleta o pirolisis; se produce cuando no hay suficiente cantidad de oxígeno para reaccionar con el carbono e hidrógeno de la materia orgánica, produciendo subproductos, como el monóxido de carbono y los hidrocarburos aromáticos policíclicos (Agudo, 2009).
- b) *Origen Petrogénico.*- Se produce por derrames de petróleo o derivados, generando mezclas complejas, que poseen cadenas alquílicas (Cabal, 2009).
- c) *Origen diagenético.*-La materia orgánica sedimentaria, puede transformarse en hidrocarburos aromáticos policíclicos a través de reacciones de aromatización descarboxilación, otros (Cabal,

2009).

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP'S) son compuestos no polares o muy débilmente polares, de estructura cíclica y se caracteriza por ser liposolubles y muy nocivos en el medio ambiente, como para la salud del hombre, debido a que presenta propiedades tóxicas, mutagénicas y carcinogénicas (Pérez, Laffon, & Felpeto, 2007).

Los hidrocarburos aromáticos policíclicos son inestables fotoquímicamente, por lo que se degradan con la luz (proceso de fotooxidación) (Albers,1995).

A los HAP'S los podemos encontrar generalmente como sólidos incoloros, blancos o verdes amarillosos pálidos y tienen un olor leve y agradable.La estabilidad química de estos compuestos depende de los sistemas conjugados de orbitales π . A temperatura ambiente son compuestos sólidos y son poco volátiles (Borabe, et al; 2006)

Los HAP'S reaccionan rápidamente con óxidos de nitrógeno o HNO_3 , también puede dar un derivado nitrogenado mediante una reacción de sustitución con NO_2 .Los HAP'S al reaccionar con otras sustancias no significa que se inactiven como tales; por el contrario, muchos de ellos se transforman en cancerígenos más potentes que el correspondiente compuesto inicial (Mastandrea, et al; 2005).

A los HAP'S se pueden clasificar en dos grupos de acuerdo a sus

propiedades, los de bajo peso molecular (con dos o tres anillos aromáticos) son menos hidrofóbicos y altamente tóxicos, en cambio los de alto peso molecular (presentan más anillos aromáticos) son fuertemente hidrofóbicos, potencialmente mutagénicos y carcinogénicos, los HAP'S también presentan la característica de ser bioacumulables (Borabe, et al; 2006; Vera, et al; 2002).

Se ha determinado que los HAP'S de alto peso molecular como el benzo(a)antraceno, criseno, benzo(b)fluoranteno, benzo(k)fluoranteno, benzo(a)pireno y otros forman aductos con el ADN tras su activación biológica, en la Tabla 1.3 se representa el potencial carcinogénico de los 16 HAP'S más importantes (Fernández, 2012).

Tabla.1.3 Peso molecular (PM) de los 16 HAP'S incluidos en la lista de contaminantes de estudio prioritarios de la EPA

Compuesto	Peso Molecular (PM)	Factor carcinogénico (Nisbet & La Goy, 1992)
Naftaleno	128	0,001
Acenaftileno	152	0,001
Acenafteno	154	0,001
Fluoranteno	166	0,001
Fenantreno	178	0,001
Antraceno	178	0,01
Fluoranteno	202	0,001
Pireno	202	0,001
Benzo(a)antraceno	228	0,1
Criseno	228	0,01
Benzo(b)fluoranteno	252	0,1
Benzo(k)fluoranteno	252	0,1
Benzo(a)pireno	252	1
Dibenzo(a,h)antraceno	278	5
Benzo(g,h,i)perileno	276	0,01
Indeno(1,2,3-c,d)pireno	276	0.1

Fuente: Fernández, 2012

Los 16 hidrocarburos aromáticos que están clasificados como compuestos peligrosos y prioritarios según la definición EPA 40 CFR 260.10, 40 CFR 260.20-260.24 de los Estados Unidos de América, son: naftaleno, acenaftileno, acenafteno, fluoreno, antraceno, fenantreno, fluoranteno, pireno, benzo(a) antraceno, criseno, benzo(a)pireno y otros que se muestra en la Tabla 1.4 (Agudelo, 2010).

Tabla.1.4 Los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos considerados por la EPA, OMS y UE como contaminantes prioritarios; con su estructura y formula de la molécula respectivamente.

Hidrocarburos aromáticos policíclicos	Formula de la molécula	Estructura	
Acenafteno, Acenaftileno	$C_{12}H_{10}$, $C_{12}H_{18}$		
Antraceno, Benzo(a)antraceno	$C_{14}H_{10}$, $C_{18}H_{12}$		
Benzo(a)pireno, Benzo(b)fluoranteno	$C_{20}H_{12}$, $C_{20}H_{12}$		
Benzo(g,h,i)perileno, Benzo(k)fluoranteno	$C_{22}H_{12}$, $C_{20}H_{12}$		
Criseno, Dibenzo(a,h)antraceno	$C_{18}H_{12}$, $C_{22}H_{14}$		
Fenantreno, Fluoranteno	$C_{14}H_{10}$, $C_{16}H_{10}$		
Fluoreno, Indeno(1,2,3-c,d)pireno	$C_{13}H_{10}$, $C_{22}H_{12}$		
Naftaleno, Pireno	$C_{10}H_8$, $C_{16}H_{10}$		

Los HAP'S pueden contaminar todo tipo de matrices, como agua, suelo y aire debido a que, los HAP'S pueden recorrer largas distancias en forma de agua de lluvias o por asentamiento de partículas (ATSDR, 1995).

Algunos HAP'S se evaporan a la atmósfera desde las aguas de superficie, pero la mayoría se adhiere a partículas sólidas y se depositan en el fondo de ríos o lagos. En los suelos, es más probable que los HAP'S se adhieran firmemente a las partículas. Algunos HAP'S se evaporan al aire desde las superficies de los suelos (ATSDR, 1995).

1.4.4 Métodos de análisis de HAP'S

1.4.4.1 Cromatografía líquida

La cromatografía es la técnica analítica de separación, en la cual, los componentes de una mezcla se distribuyen entre dos fases: la fase estacionaria que es una matriz porosa, localizada en el interior de la columna y la fase móvil que es un líquido que fluye a través de la columna (Skoog & Leary, 1994).

Aquellas sustancias de la mezcla que son fuertemente atraídos por la fase estacionaria, se desplazan lentamente con la fase móvil; en cambio las sustancias de la mezcla que son débilmente atraídos por la fase estacionaria, se desplazan con rapidez con la fase móvil. Como resultado final las sustancias de la mezcla salen de la columna separados en función de sus tiempos de retención, los resultados de la separación de la

cromatografía pueden ser analizados cualitativa y cuantitativamente (Skoog & Leary, 1994).

La clasificación de la cromatografía líquida de alta resolución se efectúa de acuerdo al tipo de fase estacionaria y al tipo de fenómeno físico que provoca la separación, tomando en cuenta estos dos parámetros se han podido determinar las siguientes técnicas de análisis: adsorción, reparto, intercambio iónico y exclusión. Las características más importantes se resumen en la Tabla 1.5(Sharapin, 2000).

Tabla.1.5 Características de las diferentes clases de cromatografías líquidas de alta resolución.

Parámetros	Adsorción	Reparto	Intercambio iónico	Exclusión por tamaño
Fase estacionaria	Sólida	Líquida	Sólida	Sólida
Fase móvil	Líquida	Líquida	Líquida	Líquida
La velocidad de la migración varía	Interacción molecular entre el soluto y el solvente	Solubilidad diferencial del soluto entre las fases	Intercambio de iones entre la solución y la fase estacionaria	Grado de inclusión en los poros de la fase estacionaria
Propiedad diferenciadora	Polaridad	Solubilidad	Ionización	Tamaño molecular

Fuente: Sharapin, 2000

1.4.4.1.1 Cromatografía de adsorción

Se denomina así porque la fase móvil es un líquido y la fase estacionaria es un sólido, especialmente en la fase fija se utiliza sílice o alúmina. La

separación consiste en varias etapas de adsorción-desorción (Skoog, Holler, & Nieman, 2001), en donde la fase estacionaria posee puntos activos para la adsorción, al momento de ingresar la fase móvil, genera una capa sobre la fase estacionaria, formando un equilibrio para la adsorción máxima, por la compatibilidad del soluto, al ingresar este, es adsorbido, llegando a un nuevo equilibrio de adsorción y desorción entre fase móvil, fase estacionaria y soluto. Esta cromatografía se caracteriza por tener la capacidad para diferenciar isómeros.

Se utiliza para compuestos no polares, compuestos que tienen una solubilidad limitada en los disolventes acuosos, hidrocarburos alifáticos y en los compuestos con grupos funcionales capaces de formar puentes de hidrógeno, como los azúcares. Las cromatografías de absorción y de reparto son complementarias (Skoog, Holler, & Nieman, 2001).

1.4.4.1.2 Cromatografía de reparto

Puede haber dos tipos de cromatografía de reparto, la cromatografía líquido-líquido en la que no puede tener gradientes de elución y la fase estacionaria por medio de la adsorción se suspende sobre la superficie del soporte, en cambio la cromatografía con fases químicamente enlazada, puede existir gradientes de elución y la fase estacionaria se une químicamente a la superficie del soporte. (Skoog, Holler, & Nieman, 2001).

De acuerdo a Barquero, 2004, los tipos de cromatografía de reparto se

pueden catalogar de acuerdo a la polaridad de las fases sea móvil o estacionaria; tomando en cuenta estos parámetros se ha clasificado de la siguiente manera:

- Cromatografía de reparto normal (fase estacionaria polar, fase móvil no polar).
- Cromatografía de reparto reversa (fase estacionaria no polar, fase móvil polar).

La cromatografía de reparto se fundamenta en la distribución del soluto entre las dos fases, móvil y estacionaria, siendo estas líquidas (Freifelder, 2003). En la Tabla 1.6 se detalla algunas de las aplicaciones de la cromatografía de reparto en varios campos.

Tabla.1.6 Aplicaciones típicas de la cromatografía de reparto de alta resolución.

Campo de aplicación	Mezclas típicas
Farmacia	Antibióticos, sedantes, esteroides y analgésicos.
Bioquímica	Aminoácidos, proteínas, hidratos de carbono y lípidos
Productos alimenticios	Edulcorantes artificiales, antioxidantes, aflatoxinas y aditivos
Química industrial	Aromáticos condensados, tensoactivos (surfactantes), agentes de propulsión y tintes
Contaminantes	Pesticidas, herbicidas, fenoles y PCB
Química forense	Drogas, fármacos, venenos, alcohol en sangre y narcóticos
Medicina clínica	Ácidos biliares, metabolitos de fármacos, extractos urinarios y estrógenos.

Fuente: Skoog, West & Holler, 2001

1.4.4.1.3 Cromatografía iónica

La cromatografía iónica o de intercambio iónico es más selectiva ya que puede haber variedad de combinaciones entre la fase móvil y fase estacionarias, esta cromatografía sirve para separar sustancias químicas de una mezcla en condiciones adecuadas de pH y disolución, convirtiéndose en iones (Fuentes, Castiñeiras, & Queraltó, 1998) Esta técnica se utiliza en la separación de proteínas, polisacáridos, nucleótidos y aminoácidos (Freifelder, 2003). En el campo farmacéutico se utiliza para separar fármacos, sueros, conservadores, mezclas de vitaminas, azúcares y preparaciones farmacéuticas (Skoog, Holler, & Crouch, 2008). Se fundamenta en la atracción entre los iones del soluto y los centros cargados (resinas de intercambio iónico) unidos a la fase estacionaria (Harris D. C., 2003), como se muestra en la Figura 1.2

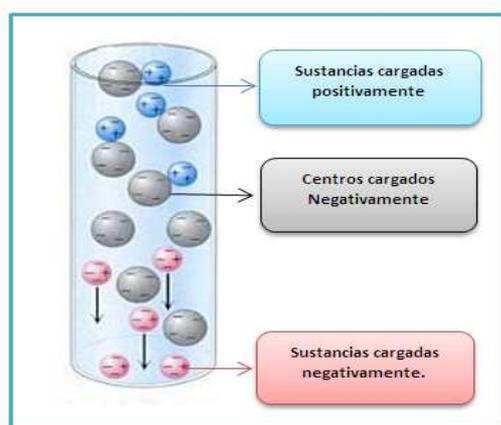


Figura 1.2 Cromatografía de intercambio iónico separan las sustancias que difiere en carga neta en columnas que poseen centros cargados negativamente o positivamente. Las sustancias con la misma carga neta que los centros cargados son repelidas y fluyen a través de la columna, mientras las sustancias con cargas opuestas se unen a los centros cargados (Berg, Stryer, & Tymoczko, 2007).

Las resinas de intercambio iónico son materiales poliméricos de gran masa molecular, que posee varios grupos funcionales por molécula se caracteriza por ser insolubles en medios acuosos (Fuentes, Castiñeiras, & Queraltó, 1998)

1.4.4.1.4 Cromatografía de exclusión por tamaño

Conocida también como cromatografía en gel, esta técnica se basa en la separación de moléculas de acuerdo a su tamaño y forma, está constituida por una fase estacionaria que se comporta como un tamiz molecular (polímeros entrecruzados que forman una red), de esta manera se genera poros definidos de distintos tamaños, al momento de ingresar la fase móvil que posee una mezcla de solutos de diferentes tamaños, los solutos que no encajen en los poros determinados en la fase estacionaria son excluidos y permanecen por completo en la fase móvil, por lo tanto estos son eluidos, como se muestra en la Figura 1.3 (Remington, 2003).

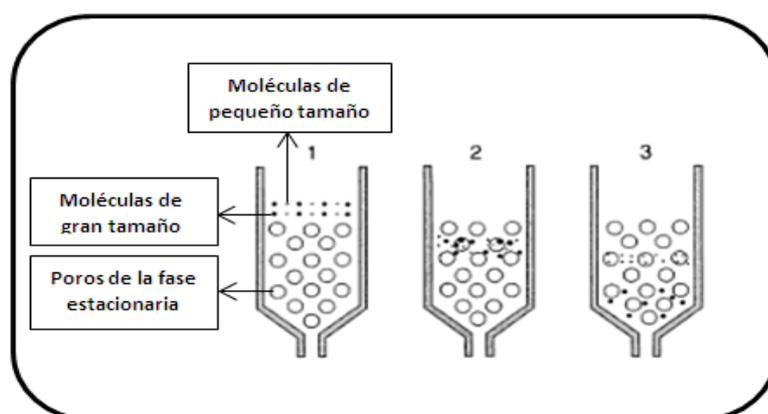


Figura 1.3 Cromatografía de exclusión por tamaño (Remington, 2003)

Este método se aplica para la separación de moléculas de alto peso molecular de productos naturales que poseen especies de bajo peso molecular y sales, también es utilizado en la separación de oligómeros (Skoog, Holler, & Nieman, 2001).

1.4.4.2 Cromatografía líquida de alta eficiencia(HPLC)

La cromatografía de líquidos de alta eficiencia, identifica, cuantifica y aísla componentes de una mezcla. Se caracteriza por su velocidad de elución, su capacidad de separar compuestos termo-lábiles y su alta eficiencia (Harris C. D., 2007). En esta técnica se emplea presiones elevadas para que el disolvente atraviese por la columna que contiene partículas demasiadamente finas, de esta manera separan los componentes, obteniendo una gran resolución (Anaya, Espinosa García, & Cruz Ortega, 2001). El HPLC, estás constituido por: un depósito para la fase móvil, sistema de bombeo, sistema de inyección de la muestra, columna detectores y sistema de adquisición de datos (Figura 1.4).

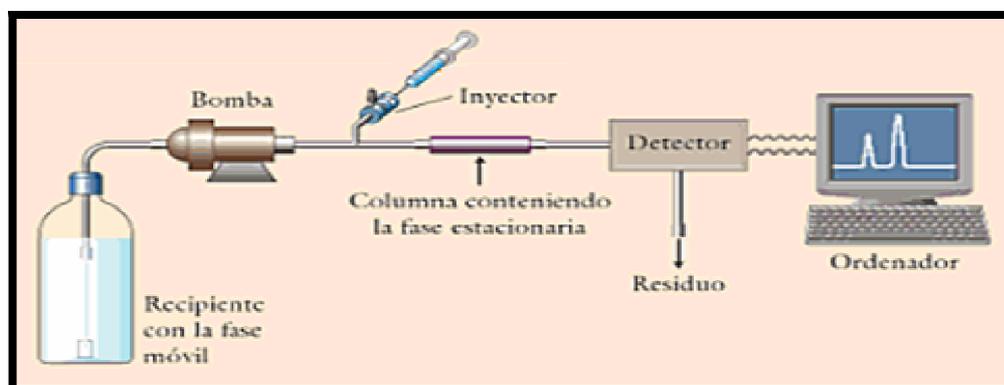


Figura 1.4 Cromatografía líquida de alta resolución (Johll, 2008).

1.4.4.2.1 Depósito para la fase móvil

Se utiliza recipientes de vidrio o de acero inoxidable; es importante que la fase móvil sea desgasificada para eliminar gases disueltos como oxígeno y nitrógeno, que generan burbujas que afectan al sistema. Como equipos desgasificantes se puede utilizar un sistema de bombeo por vacío, sistema de destilación, sistema de calefacción y agitación o sistemas de difusión que permiten arrastrar los gases disueltos fuera de la solución. También es importante que se realice un proceso de filtrado de la fase móvil antes de que ingrese al proceso, para eliminar impurezas como partículas sólidas (Skoog, West, & Holler, 2001).

La separación de los componentes en el sistema de HPLC se puede ejecutar por elución isocrática o fase móvil de composición constante y elución por gradiente o fase móvil de composición variable (Morante, Sierra, & Del Hierro, 2007).

1.4.4.2.2 Sistema de bombeo

Las bombas cumplen con la función de introducir la fase móvil al sistema y se encarga de definir y limitar el tipo de separación, de acuerdo con sus características de funcionamiento y rendimiento (Morante, Sierra, & Del Hierro, 2007). De acuerdo a Katz, 1998 las características más importantes son:

- El flujo no debe poseer pulsaciones.
- El caudal puede variar entre 0,1 y 10 mL/min.
- La reproducibilidad de caudales debe ser al menos del 0,5%.
- La presión puede ser hasta 6000_{psi} (lbs/in²).
- Resistente a la corrosión.
- Tener la capacidad de cambiar fácilmente de un disolvente a otro.
- Fácil de desmontar y reparar.

Existen dos tipos fundamentales de bombas para la cromatografía líquida de alta resolución que son:

- *Bombas de presión constante*: Se caracteriza por ser fáciles de utilizar, su mantenimiento es simple e impiden las pulsaciones de presión. La única desventaja de este tipo de bombas es que se necesita un riguroso control del flujo, ya que puede existir una variación del mismo. También puede haber un cambio de la resistencia de la fase debido a cambios de temperatura.
- *Bombas de flujo constante*: se caracteriza por tener la capacidad de mantener el flujo, puede existir cambio en la resistencia de la fase pero se recompensa con los cambios de presión (Aburrá; Morante, Sierra, & Del Hierro, 2007).

1.4.4.2.3 Sistema de inyección de las muestras

Se utilizan inyectores que están constituidos por válvulas que poseer buena reproducibilidad con que se puede introducir la muestra en la columna (Morante, Sierra, & Del Hierro, 2007). La mayor parte de inyectores son automáticos, ya que la inyección manual puede provocar una separación inadecuada, debido a que hay variación en la presión y la reproducibilidad no es buena (Alfonso, 2008); estos inyectores debe introducir muestras líquidas en un rango de volumen desde 0.1 mL hasta 100mL con precisión y presión altas (Abburá, 2007).

1.4.4.2.4 Columna

Se considera la parte más primordial de la cromatografía, ya que en la columna se produce la separación de los componentes de la muestra, a través de distintos mecanismos (Alfonso, 2008).

Por lo general está compuesta de acero inoxidable, con un diámetro interno uniforme que varía desde 2,6 hasta 9mm, la longitud de columnas más utilizadas en el mercado son: 10cm, 12,5 cm, 25cm, y 30 cm; El relleno de la columna está formado de partículas que pueden tener un diámetro de 3, 4, 5 o 10 μm (Morante, Sierra, & Del Hierro, 2007).

Según Alfonso, 2008 las columnas presenta algunas características como:

- En su interior se localiza la fase estacionaria.
- En su interior soportan altas presiones durante su fabricación y durante su uso.
- Abastece un vía controlada y apropiada para la entra y salida de muestra sin fugas.
- No debe reaccionar con la muestra tanto la fase móvil y fase estacionaria (Alfonso, 2008).

Es importante colocar una pre-columna, para lograr que la columna analítica dure por más tiempo, ya que el objetivo de la pre-columna es eliminar la materia en suspensión y los contaminantes de los disolventes. Están constituidas de micro partículas similares que la columna con una variación en el tamaño de las partículas (Esquivel & Leal, 2004).

1.4.4.2.5 Detectores

Se encarga de visualizar el componente de la muestra y transmitir la señal eléctrica a un ordenador de datos (Alfonso, 2008). Un detector ideal presenta las siguientes características:

- Alta sensibilidad.
- Buena estabilidad.
- La reproducibilidad y el tiempo de respuesta deben ser cortos.
- Respuesta lineal para los diferentes analitos.
- Que no exista destrucción de la muestra.

- Para todos los analitos es necesario que la respuesta sea similar y para uno o varios analitos que la respuesta sea selectiva y predecible (Skoog, Holler, & Nieman, 2001).

Existen varios tipos de detectores, entre los más importantes son:

- *Detectores de absorbanza UV-VIS*

Su funcionamiento es similar al de los espectrofotómetros, está constituido por una celda en donde se coloca la muestra, a través de esta celda fluye el material de la columna. Se basa en la absorción de unas determinadas longitudes de onda del compuesto

- *Detectores de fluorescencia*

Se caracteriza por poseer una alta sensibilidad, aproximadamente cien veces mayor que el detector de absorción, se utiliza para compuestos que se excitan con la energía de ciertas longitudes de ondas emitiendo fluorescencia (Christie, 1992). Su funcionamiento es similar a los fluorómetro y espectrofluorímetros (Skoog, Holler, & Nieman, 2001). A estos detectores se les considera como los más utilizados y precisos, en comparación con los otros detectores (Abburá, 2007).

- *Detectores electroquímicos*

Se fundamentan en la amperometría, voltamperometría y la coulombimetría (Skoog, Holler, & Nieman, 2001). Generan la oxidación o reducción de la muestra en la superficie de un electrodo, esta

reacción química se produce en condiciones de un potencial constante (Hernández, 2005).

La concentración de la muestra es proporcional al nivel de reacción (Abburá, 2007).

1.4.4.2.6 Sistema de adquisición de datos

Es un sistema que está constituido por un software, el cual se encarga de obtener información fundamental (picos cromatográficos, áreas, tiempo de retención de los solutos, integraciones, otros) que permiten un buen análisis de la muestra, para el control, adquisición e interpretación de datos.

1.4.5 Validación analítica

Validación es la verificación y provisión de evidencia documental y objetiva, con el fin de demostrar la fiabilidad y reproducibilidad del método, (NTE INEN-ISO/IEC 17025:2005) para obtener resultados con un alto grado de seguridad que estén dentro de las especificaciones establecidas previamente (AEFI, 2001). En los procesos de validación, se necesita que los análisis se realicen con equipos que estén calibrados adecuadamente y calificados, que los métodos estén documentados, tener estándares de referencia confiables, así mismo, el operador que realiza los análisis debe ser técnicamente competente en el área de trabajo; Ya que necesita tener criterio para tomar decisiones apropiadas (EURACHEM ,2005).

La validación analítica se puede realizar por varias razones: para verificar la calidad del agua para consumo humano, en análisis forenses de fluidos corporales en investigaciones criminales, otros.

Es de suma importancia destacar que si en un análisis no se cumple con parámetros establecidos se pueden generar problemas legales (EURACHEM, 2005).

1.4.5.1 Parámetros de validación

1.4.5.1.1 Selectividad/ Especificidad

Es la habilidad de un método para determinar y cuantificar el analito de forma exacta y precisa en presencia de componentes de interferencia que pueden ser impurezas, productos de degradación u otras sustancias existentes en una muestra (EURACHEM, 2005).

1.4.5.1.2 Exactitud / Veracidad

Es la capacidad del método en obtener resultados próximos, al compararlo con el valor verdadero, en otras palabras, entre más similar sea el valor hallado y el valor verdadero, la exactitud es adecuada pero si el valor hallado es diferente al valor verdadero la exactitud es inadecuada (AEFI, 2001).

1.4.5.1.3 Precisión (repetibilidad y reproducibilidad)

Es el grado de concordancia o grado de dispersión de los valores de las mediciones individuales cuando se realiza repetitivamente el método a una muestra homogénea (OAA, 2003).

- *Repetibilidad.*-Analiza la variabilidad del método, entre los valores de las mediciones sucesivas de una misma muestra y con las mismas condiciones operativas.
- *Reproducibilidad.*-Analiza la variabilidad del método, entre los valores de las mediciones sucesivas de una misma muestra y con diferentes condiciones operativas (AEFI, 2001).

1.4.5.1.4 Linealidad/ Función de respuesta

Es la relación entre la concentración de analito y la respuesta del método, esta relación, se la denominada comúnmente como curva patrón o curva de calibración, para que el método sea eficaz puedes ser lineal o no, cuando no sea posible la linealidad para un método, se deberá encontrar un algoritmo matemáticos adecuado (EURACHEM, 2005). La linealidad se comprueba mediante el coeficiente de correlación al cuadrado que debe ser mayor o igual a 0,990, aunque puede estar, entre 0,98 y 0,99 dependiendo el método a analizar (Valarezo, 2009).

1.4.5.1.5 Límite de detección

Se define como la mínima concentración del analito en una muestra que puede ser detectada, siguiendo el método completo, pero no necesariamente cuantificada.

Sirve para comprobar si la cantidad del analito se encuentre por encima o por debajo de un nivel determinado, en una relación (3:1) (AEFI, 2001).

1.4.5.1.6 Límite de cuantificación

El límite de cuantificación es característico de los ensayos cuantitativos para compuestos de bajos niveles en matrices de muestras, tales como impurezas y productos de degradación.

Es la cantidad más baja de analito que puede ser determinada con precisión aceptable. El límite de cuantificación es 10 veces el límite de detección.(ICH, 2005).

1.4.5.1.7 Incertidumbre de la medición

“Parámetro asociado al resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que podrían atribuirse razonablemente al mensurando” (EURACHEM, 2005).

Generalmente es una desviación estándar o un intervalo de confianza y su estimación toma en cuenta todos los efectos reconocidos que operan sobre el resultado.

1.4.5.1.8 Intervalo de trabajo

El intervalo de trabajo de un método es el intervalo de concentración en el que puede obtenerse una exactitud y precisión adecuadas al objetivo del método.

1.5 Hipótesis

- La validación del método EPA (Environmental Protection Agency) 550.1 para la determinación de HAP'S (hidrocarburos aromáticos policíclicos) en aguas, por extracción líquido-sólido y HPLC con detector ultravioleta y fluorescencia, es homogéneo, selectivo y sus resultados tienen un porcentaje de confiabilidad mayor que el 98%.
- Existe contaminación significativa de HAP'S (hidrocarburos aromáticos policíclicos) en aguas del río Cuyabeno.

CAPÍTULO 2: METODOLOGÍA

2.1 Participante

La presente investigación fue realizada por la Srta. Verónica Alexandra Velásquez Freire, con la dirección académica de la Quím. Érika Murgueitio Mg. y la codirección del Quím. Jaime Gia.

El trabajo experimental, se realizó en el laboratorio CENTROCESAL Cía. Ltda. acreditado con la norma ISO 17025 2005 OAE 12001, con la colaboración del Dr. Germánico Silva Director Técnico.

2.2 Zona de Estudio

El proyecto se realizó en dos etapas: toma de muestra en el campo y análisis en el laboratorio.

La toma de muestra se llevó a cabo en el río Cuyabeno; ubicado en la provincia de Sucumbíos, cantón Cuyabeno, parroquia Cuyabeno, a 17 Km de la parroquia Aguas Negras (véase Figura 2.1).

El río Cuyabeno se encuentra en una altitud de 237 m sobre el nivel del mar. Sus coordenadas son 0°16'0" N y 75°52'60" E en formato DMS (grados, minutos, segundos) o -0,266667 y -75,8833 (en grados decimales).

Los análisis de las muestras se realizaron en el Laboratorio CENTROCESAL Cía. Ltda.; Ubicado en la provincia de Pichincha, ciudad de Quito, en la Av. América N31-232 y Mariana de Jesús.



Figura 2.1 Mapa de la Provincia de Sucumbios (Mapas del Ecuador, 2013).

2.3 Período de tiempo de investigación

El proyecto de investigación tuvo una duración de un año; inicio en agosto del 2012 y culminó en agosto del 2013.

2.4 Diseño del estudio

En la presente investigación se realizó la estandarización y validación del método EPA 550.1 para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detección ultravioleta y fluorescencia que se efectuó en el Laboratorio CENTROCESAL CIA. LTDA, este procedimiento se desarrolló para la obtención de la acreditación, ya que con esto se obtiene resultados confiables y se determina la eficiencia del método analítico.

Se utilizó herramientas estadísticas, tales como: desviación estándar, estimación lineal, intercepción del eje, intervalo de trabajo, coeficiente de correlación al cuadrado, análisis de varianza, función F, otros para la comprobación de los objetivos de validación establecidos.

El programa que se empleó para el análisis estadístico fue Microsoft Excel versión 2010.

Asimismo esta investigación se diseñó para la evaluación de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos (acenafteno, acenaftileno, antraceno, benzo(a) antraceno, benzo(a) pireno, benzo(b) fluoranteno, benzo(g,h,i) perileno, benzo(k) fluoranteno, criseno, dibenzo(a,h) antraceno, fenantreno, fluoranteno, fluoreno, indeno(1,2,3-c,d) pireno, naftaleno, pireno.) en aguas del río Cuyabeno. También se

analizó parámetros tales como: alcalinidad, demanda biológica de oxígeno, conductividad, oxígeno disuelto, pH y temperatura.

2.5 Procedimiento

2.5.1 Trabajo en campo

2.5.1.1 Toma de muestra en el campo

Se realizó el recorrido por el área de estudio con el propósito de establecer las descargas que recibe el río Cuyabeno, a su vez se determinó los puntos de toma de muestra, utilizando un GPS (Sistema de Posicionamiento Global), para ser establecidos en un mapa, como se muestra en la Figura 2.2, con fechas: 15 de agosto del 2013 y 06 de octubre del mismo año.

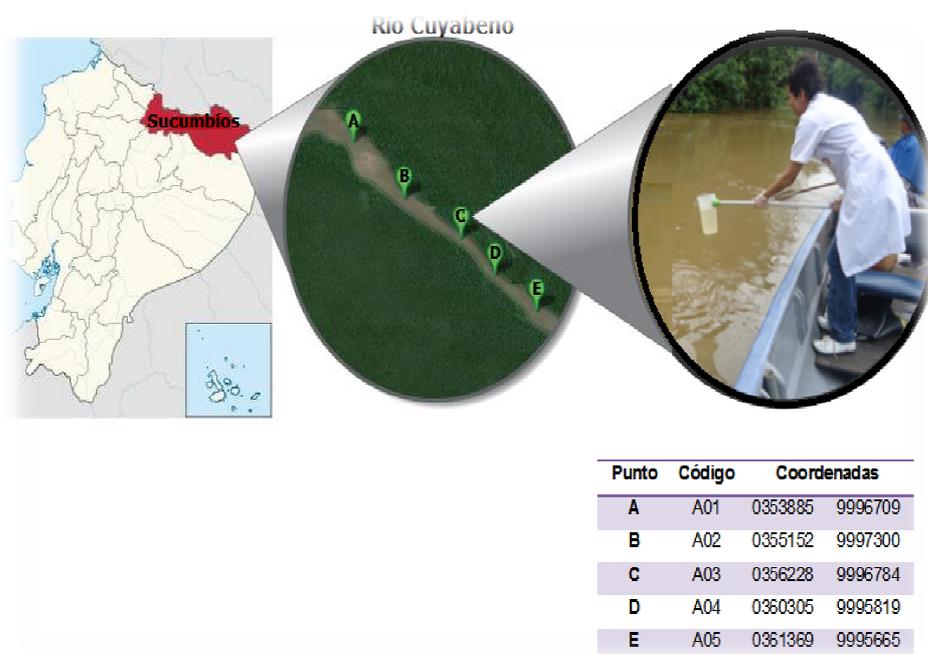


Figura 2.2 Localización geográfica de los sitios de muestreo del agua del río Cuyabeno, en la fotografía Verónica Velásquez, 15-08-2013.

El ingreso para la toma de muestra al río Cuyabeno, se la realizó mediante gestiones, con el Ing Nelson Vera, perteneciente al Ministerio del Medio Ambiente.

Se tomaron muestras puntuales, con un bote con motor fuera de borda, facilitado por el Sr Modesto Coquinche, perteneciente a la comunidad Cofanes, a lo largo y en la zona central del río, procurando no remover el fondo y evitando los estancamiento, se utilizó frascos de vidrio ambar de 1L, previamente lavados con agua del río, colocando la boca del frasco contra la corriente para evitar su contaminación, los frascos se etiquetaron con el nombre del punto, coordenadas, la fecha, hora, y la persona responsable.

2.5.1.2 Toma de datos meteorológicos

Para la caracterización climática se analizó los datos registrados en la estación meteorológica Lumbaqui, ubicada en la provincia de Sucumbíos, se encuentra en una altitud de 580m sobre el mar, sus coordenadas son: latitud de 00°02'19"N y longitud de 77°20'02"W.

Se recopiló información publicada en los anuarios meteorológicos del Instituto Nacional de Meteorología e Hidrología (INAMHI), para la obtención de los datos; se analizó un periodo de 4 años.

Los parámetros que se analizaron son: temperatura, humedad relativa y precipitación, los resultados obtenidos se muestran en el Anexo 1

2.5.1.3 Análisis de parámetros en campo

Se determinó los siguientes parámetros “*in situ*” conductividad, pH y temperatura (ver Tabla 2.1), mismos que se anotaron en la hoja de campo (ver Anexo 2).

Tabla. 2.1 Parámetros y metodología de análisis.

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODO
Conductividad Elec.	μS/cm	APHA-2510-B
pH	Ph	APHA-4500 B
Temperatura	°C	APHA-2550-A-B

Fuente: American Public Health Association, 1992

2.5.1.3.1 Conductividad eléctrica.

Se usó un conductímetro marca ATC, modelo HI 9835, midiéndose directamente con la sonda la conductividad en la muestra de agua, previa calibración con solución de cloruro de sodio (707 ppm / 1413 μS/cm). Para verificación de resultados se realizó pruebas en blanco y de chequeo.

2.5.1.3.2 pH.

Se midió el pH con un pH-metro marca HI, modelo 9124, el cual fue previamente calibrado con soluciones tampón pH 4,1; pH 7 y pH 9. Para la verificación de las lecturas se realizó pruebas en blanco y con estándares.

2.5.1.3.3 *Temperatura.*

Se determinó con un termómetro de mercurio, entre muestra y muestra se lavó con agua destilada y esperando el tiempo suficiente hasta que llegue a una temperatura estable.

2.5.1.4 *Transporte de muestras*

Para el transporte de las muestras, se realizó la cadena de custodia, (ver Anexo 3), los frascos fueron sellados y se conservaron en cadena de frío a 4 °C.

2.5.2 Trabajo en el laboratorio

Las muestras se analizaron en el laboratorio CENTROCESAL Cía. Ltda., en el cual se determinó los siguientes parámetros: alcalinidad, demanda bioquímica de oxígeno, oxígeno disuelto e hidrocarburos aromáticos policíclicos, (ver Tabla 2.2)

Tabla. 2.2 Parámetros y métodos de análisis

PARÁMETROS	UNIDADES	MÉTODOS
Alcalinidad	meq/L	APHA-2320-B
Demanda bioquímica de oxígeno	mg/L	APHA-5210-B
Oxígeno disuelto	mg/L	APHA-4500-O-G
Hidrocarburos aromáticos policíclicos	µg/L	APHA-550.1

Fuente: American Public Health Association, 1992).

2.5.2.1 Alcalinidad

En la determinación de la alcalinidad primeramente se midió el pH, posteriormente se colocó un indicador a la muestra, el cual puede ser la fenolftaleína (muestra un color rosado sólo si están presentes el hidroxilo (OH^-) y/o el carbonato $\text{CO}_3^{=}$) a un pH mayor de 8,1 o el anaranjado de metilo (muestra un color amarillo sólo si está presente el bicarbonato HCO_3^-) a un pH menor a 8,1, finalmente se efectuó la titulación con ácido sulfúrico 0,1 N.

2.5.2.2 Oxígeno disuelto (OD)

Se utilizó un oxímetro marca Macherey/ Nagel, modelo MN 98186; previa calibración, en la cual se humedeció la esponja de la cámara para lograr una saturación al 100% y que el electrodo esté en condiciones adecuadas, se insertó la altitud del lugar y la salinidad del agua que va hacer medida; posteriormente se introdujo el electrodo en la muestra para la obtención de la lectura.

2.5.2.3 Demanda bioquímica de oxígeno

Para la determinación de la DBO_5 se realizaron dos pruebas:

1. Por potenciometría, utilizándose un oxímetro marca Macherey/ Nagel,

modelo MN 98186; se cultivaron las muestras en francos winkler, dejándoles reposar en oscuridad por 5 días a 20°C, midiéndose las concentraciones iniciales y finales de oxígeno.

2. Por valoración para comparación de datos, en la cual para la determinación de oxígeno inicial y final se utilizó el método de winkler, implicando un tratamiento de la muestra con un exceso de manganeso II, yoduro de potasio e hidróxido de sodio y valoración con tiosulfato de sodio 0,025 N.

2.5.2.4 Determinación del Índice de Calidad de Agua (ICA)

Para el cálculo del ICA particular se determinaron ecuaciones para cada parámetro físico-química seleccionado ver Tabla 2.3

La aplicación de las ecuaciones para el cálculo del ICA por parámetro de los datos obtenidos en los análisis físico-químicos, deben generar valores entre 0 a 100, para lo cual fue necesario tomar en cuenta las observaciones descritas para cada parámetro.

Tabla. 2.3 ICA'S particulares para cada parámetro físico-químico

Parámetros	Ecuaciones	Observaciones
pH	$I_{pH} = 10^{0,2335 pH + 0,44}$	Si el pH es menor que 6,7
	$I_{pH} = 100$	Si el pH esta entre 6,7 y 7,3

Continúa...

Parámetros	Ecuaciones	Observaciones
pH	$I_{pH} = 10^{4,22-0,293 pH}$	Si el pH es mayor que 7,3
Conductividad Eléctrica	$I_{CE} = 540(CE)^{-0,379}$	(CE) Conductividad Eléctrica en $\mu\text{mhos} / \text{cm}$
Alcalinidad	$I_A = 105(A)^{-0,186}$	(A) Alcalinidad en mg / L CaCO_3
Oxígeno Disuelto	$I_{OD} = \frac{OD}{OD_{sat}} \times 100$	(OD) Oxígeno Disuelto en mg / L y a T. de campo (T_c) (Oxígeno Disuelto) _{sat} mg / L de saturación $T_{sat} = T_c$
DBO ₅	$I_{DBO_5} = 120(DBO_5)^{-0,673}$	DBO ₅ Demanda Bioquímica de Oxígeno mg / L

Fuente: (NSF, 1970)

El ICA indica el grado de contaminación del agua, en la Tabla 2.4 se presentan los criterios establecidos para la evaluación del ICA particular.

Tabla 2. 4 Rango de clasificación del ICA

ICA	Criterio general
85 - 100	No contaminado
70 - 84	Aceptable
50 - 69	Poco contaminado
30 - 49	Contaminado
0 - 29	Altamente contaminado

Fuente: (Semarnap, 1999)

2.5.3 Estandarización del método para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos

Para la elección del método de análisis a validar, se consideró como referencia bibliográfica el método EPA 550.1, con algunas adaptaciones, para la optimización del método.

Se realizaron pruebas previas para la estandarización, ejecutándose en base a las condiciones cromatográficas que consistieron en preparar cinco niveles de concentración (ver Tabla 2.5), por cada tipo de condición cromatográfica, estableciéndose dos tipos: condición #1 y condición #2 (optimización), en las cuales se diferencian:

- Tipo de columna
- Tipo de elución
- Presión.

Estas pruebas se realizaron, para obtener condiciones de operatividad definidas y de esta manera alcanzar resultados aceptables y estables.

Se realizó corridas independientes de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, para verificar la identidad de cada uno de ellos, mediante la determinación de los tiempos de retención.

2.5.4 Protocolo de validación

2.5.4.1 Puesta a punto

2.5.4.1.1 Necesidad analítica

El laboratorio CENTROCESAL Cía. Ltda. consideró la implementación de la validación del método para determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (EPA 550.1), de acuerdo a que se considera a los HAP'S como indicadores de la calidad de agua, por la mejora en la gestión de calidad y para garantizar la veracidad y reproducibilidad de los resultados.

2.5.4.1.2 Requisitos

Los materiales volumétricos, la balanza analítica y el HPLC deben estar previamente calibrados. Los estándares de calibración y material de referencia deben ser preparados antes de la fecha de caducidad y su conservación debe ser la aconsejada por el fabricante.

2.5.4.2 Procedimiento del método para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos

2.5.4.2.1 Alcance

Este método se aplica a muestras líquidas y pueden determinar los siguientes analitos: acenafteno, acenaftileno, antraceno, benzo(a)antraceno,

benzo(a)pireno, benzo(b)fluoranteno, benzo(g,h,i)perileno, benzo(k)fluoranteno, criseno, dibenzo(a,h)antraceno, fenantreno, fluoranteno, fluoreno, indeno(1,2,3-c,d) pireno, naftaleno y pireno.

2.5.4.2.2 Interferencias

Las interferencias que pueden producirse en el análisis del método son debido a:

- El material de vidrio y equipos si no están previamente calibrados causan errores de interpretación de los cromatogramas.
- Reactivos y solventes que no son de alta pureza.
- En el proceso de extracción de la muestra.

2.5.4.2.3 Materiales

Los materiales que se utilizaron son: balones aforados de 5, 10 y 100 mL, matraces fondo redondo de 25 a 50 mL, micropipetas de 0,5 y de 1,0 mL y probeta de 1000 mL.

En el Anexo 4 y 5 se adjuntan los informes de calibración de las micropipetas y de los materiales volumétricos.

2.5.4.2.4 Equipos

Los equipos que se utilizaron son los siguientes: baño maría, viales cromatográficos, filtros de 0,45 μm , columna C16, 5 μm , 120 \AA , 4,6 x 250mn (Acclaim $\text{\textcircled{R}}$ Polar Advantantage, Dionex, 001480), columna C18, 5 μm , 120 \AA , 4,6x250mn (Acclaim TM 120, Thermo scientific 006893), pre-columna C18, cartuchos de extracción C18, equipo de filtración y Manifold ver Figura 2.3.



Figura 2.3 Equipo de Filtración a) y Manifold b)

Se utilizó un sistema HPLC Shimadzu equipado con bomba LC-10AD, inyector SIL-10AD, horno CTO-10a, detector UV- VIS SPD-10AV y adaptado con un detector de fluorescencia (puede utilizarse para la cuantificación del acenafteno, fenantreno, prieno, benzo(a)pireno, benzo(g,h,i)perileno), posee un software de integración y reproceso de dato, (Figura 2.4.a) y un rotavapor RE 2000A (Figura 2.4.b)



Figura 2.4 Sistema HPLC a) y Rotavapor b)

2.5.4.2.5 Reactivos

Los reactivos que se utilizaron son: agua purificada grado HPLC (Tipo 1), acetonitrilo grado HPLC, metanol, acetona/hexano(50:50), estándar mixer

2.5.4.2.6 Preparación de los estándares

- Material de referencia Certificado (MRC)

Se preparó la solución certificada a partir de la ampolla de control de calidad, NSI nc 27617, (QCO-135) ver Anexo 6.

Tomándose 1,00 mL de la ampolla yaforándole a 100,0 mL con agua purificada (solución1), posteriormente se tomó 1,00 mL de la solución 1 yse aforó a 5 mL.

- Material de referencia (MR)

a) *Soluciones estándar.*

Se preparó la solución madre a partir de la ampolla estándar mixerNSI nc 27617, (C-436) ver Anexo 7. Tomándose 1,00 mL de la ampolla y aforándole a 100,0 mL con acetonitrilo. Se puede preparar también con estándares individuales, teniendo en cuenta la pureza del compuesto.

b) *Estándares de calibración*

Se preparó cinco niveles de concentración; para generar la curva de calibración. Tomándose 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 y 3,0 mL de la solución madre y aforándole a 10 ml con acetonitrilo, en la Tabla 2.5 se muestran las concentraciones de cada analito en cada nivel.

Tabla. 2.5 Concentraciones de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos en cada nivel.

#	HAP'S	Nivel 1 µg/L	Nivel 2 µg/L	Nivel 3 µg/L	Nivel 4 µg/L	Nivel 5 µg/L	Nivel 6 µg/L
1	Naftaleno	500	1000	1500	2000	2500	3000
2	Acenaftileno	1000	2000	3000	4000	5000	6000
3	Fluoreno	100	200	300	400	500	600
4	Acenafteno	500	1000	1500	2000	2500	3000
5	Fenantreno	50	100	150	200	250	300
6	Antraceno	50	100	150	200	250	300
7	Fluoranteno	100	200	300	400	500	600
8	Pireno	50	100	150	200	250	300
9	Criseno	50	100	150	200	250	300
10	Benzo (a) antraceno	50	100	150	200	250	300
11	Benzo (b) fluoranteno	100	200	300	400	500	600
12	Benzo (k) fluoranteno	50	100	150	200	250	300
13	Benzo (a) pireno	50	100	150	200	250	300
14	Dibenzo (a,h) antraceno	100	200	300	400	500	600
15	Indeno (1,2,3- c,d) pireno	50	100	150	200	250	300
16	Benzo (g,i,h) perileno	100	200	300	400	500	600

- Extracción sólido-líquido de la muestra

a) Acondicionamiento o activación de la fase sólida.

Colocando un cartucho C18 para extracción en fase sólida, en un dispositivo Manifold aplicándole vacío; se realizó cuatro lavadas previas a la adición de la muestra: con 5 mL de metanol, 5 mL de acetona/hexano (50:50), 5 mL de metanol y 5 mL de agua tipo 1, respectivamente, se dejó drenar el cartucho encada lavada excepto en la última lavada ya que el cartucho debe permanecer húmedo, se recolectó los residuos y se eliminó.

b) Adición de la muestra.

El flujo de paso de la muestra no debe excederse de 5 mL/min. adionandoun volumen total de 1 L por muestra de agua contaminada con HAP`S a la columna de EFS(cartuchos de extracción C18), se dejó drenar completamente, recolectando la fase acuosa, y adicionando 15 mL de acetona hexano (50:50), a una velocidad aproximadamente de 3 mL/min, finalmente se recolectó en un balón de fondo redondo de 50 mL.

Se Realizó el proceso de evaporación a una temperatura de 38 a 42°C en el rotavapor, dejando enfriar por algunos segundos, reconstruyendo con 2 mL de acetonitrilo con agitación o ultrasonido, finalmente filtrar (filtros de 0,45 µm) en un vial cromatográfico

2.5.4.2.7 Condiciones del HPLC:

a) *Condiciones # 1*

- Columna: C16, 5 μ m, 120 \AA , 4,6x250mn (Acclaim $\text{\textcircled{R}}$ Polar Advantage, Dionex, 001480)
- Fase móvil: acetonitrilo / agua tipo 1.
- Elución: gradiente. En el tiempo 0 min, relación 65/35 (acetonitrilo/ agua tipo 1)y en el tiempo 60min, relación 80/ 20 (acetonitrilo/ agua tipo 1).
- Longitud de ondas del detector UV: 254
- Longitud de onda del detector de fluorescencia:
 - Excitación: 280
 - Emisión: 389
- Volumen de inyección: 2 μ L/min.
- Sensibilidad: 0,001.
- Presión: 81-94.
- Temperatura: 30 $^{\circ}$ C

Ya que no se obtuvieron los resultados satisfactorios, con estas condiciones cromatográficas se realizó algunas optimizaciones.

b) *Condiciones #2 (optimización)*

- Columna: C18, 5 μ m, 120 \AA , 4,6x250mn (Acclaim TM 120, Thermo scientific 006893)
- Fase móvil: acetonitrilo / agua tipo 1.
- Elución: isocrática, relación 70/30(acetonitrilo / agua tipo 1)

- Longitud de ondas del detector UV: 254
- Longitud de onda del detector de fluorescencia:
 - Excitación: 280
 - Emisión: 389
- Volumen de inyección: 2 µL/min.
- Sensibilidad: 0,001.
- Presión: 71.
- Temperatura: 30°C

2.5.4.2.8 Cálculos

$$\frac{ug}{L} = \frac{Au}{As} \times \frac{Cs}{Vim} \times Vfm$$

Ec.1

Dónde:

Au: Área de la muestra

As: Área del estándar

Cs: Concentración del estándar en µg/L

Vim: Volumen de muestra usado

Vfm: Volumen final al que se llevó la muestra

2.5.4.3 Elección de los parámetros de validación

El laboratorio acreditado CENTROCESAL, implantó los parámetros de validación de acuerdo a la Norma ISO 17025-2005, en conjunto con los

criterios de la guía de laboratorio EURACHEM, la documentación disponible y la experiencia del laboratorio en el análisis de hidrocarburos aromáticos policíclicos. Los parámetros de validación escogidos son: selectividad, linealidad, límite de detección, límite de cuantificación, precisión (reproducibilidad y repetibilidad), exactitud, incertidumbre e intervalo de trabajo.

2.5.4.4 Fijación de objetivos para los parámetros de validación

En la Tabla 2.6, se presenta los objetivos de validación del método para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos

Tabla. 2.6 Fijación de objetivos de validación para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos.

Parámetros	Objetivos
Linealidad/Función Respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste $R^2 \geq 0,990$
Límite de detección	0,001-0,13 $\mu\text{g/L}$
Límite de cuantificación	0,002-0,44 $\mu\text{g/L}$
Precisión repetibilidad	%CVR: $\leq 5,0\%$
Precisión reproducibilidad	% CVR $\leq 5,0\%$
Exactitud	70-120%
Incertidumbre	%U(K=2) $\leq 35\%$ en todos los niveles
Intervalo de trabajo	0,05-6,0 $\mu\text{g/L}$

2.5.4.5 Diseño experimental y estadístico del método para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos

- *Diseño experimental*
 - **Linealidad:** Ajustando por día, de la función respuesta instrumental con seis niveles de concentración por tres días.

- **Exactitud y Precisión:** Determinando la recuperación y el coeficiente de variación, del material de referencia enriquecido (MRs) en 3 niveles y de un material de referencia certificado (MRc), esto se realizó cada día por dos días y dos analistas, en condiciones de repetitividad y reproducibilidad.
- *Muestras* (las disponibles para la validación):
 - Patrones de trabajo a seis niveles de concentración, se preparó cada día.
 - Materiales de referencia enriquecidos a tres niveles de concentración, se preparó cada día, por dos días.
 - Material de referencia certificado a un nivel de concentración, se preparó por dos días

El MR es agua enriquecida, a la que se ha añadido un volumen de concentración conocida de solución patrón de trabajo, como se describe a continuación:

1 litro de agua purificada enriquecida se concentró por extracción en fase sólida a 1 mL con acetonitrilo.

- *Submuestras (Unidades que se procesan por día):*

Preparando tres de cada nivel para los patrones de trabajo, lo que supone un total de 18 unidades por día, que por 3 días serán 54 unidades.

Preparandouna de cada nivel y cada nivel por triplicado para los MRs, por cada día y cada analista en condiciones de repetitividad y reproducibilidad, lo que supone 18 unidades por día, que por 2 días serán 36 unidades.

Se preparó una de MRc por triplicado por cada día y cada analista, lo que supone 6 unidades por día, que por 2 días serán 12 unidades.

- *Procesamiento*

Realizándose en forma simultánea el análisis de las 18 unidades de patrones de trabajo, de las 18 unidades de MRs y de las 6 unidades de MRc por cada día

- *Lectura*

Se tomó todas las lecturas que produzcan cada submuestra en el sistema de medida (Área del pico que da la señal del analito).

- *Interpolación y cálculos*

Se realizó en la recta de cada día, de las lecturas obtenidas del MRs y del MRC para obtener el cálculo de concentración, sobre muestra

- *Tratamiento estadístico*

Los resultados de la validación tienen el siguiente tratamiento estadístico:

- **Para la función respuesta**, se determinó el grado de ajuste de la curva R^2 y de los intervalos de confianza de los coeficientes de regresión (pendiente e intercepto) y la región de confianza de la función de respuesta.
- **Para la precisión**, realizando un análisis de varianza simple de los resultados obtenidos se obtiene la desviación estándar de la repetitividad (S_r) y la desviación estándar de la reproducibilidad (S_R) por niveles.
- **Para la exactitud**, se obtuvo el porcentaje de recuperación de los resultados alcanzados en cada nivel, que aporta con los límites de detección y cuantificación, el intervalo de trabajo y la incertidumbre.

2.5.4.6 Obtención de los parámetros de validación

2.5.4.6.1 Selectividad / Especificidad

Este parámetro de validación se resolvió bibliográficamente, ya que el método seleccionado, cuentan con información sobre su selectividad, especificidad y las interferencias.

2.5.4.6.2 Función de respuesta/Linealidad.

- *Función de respuesta instrumental*

Los datos obtenidos se ajustan a una recta.

$$L = mp + L_0$$

Ec.2

Dónde:

L: Valores observados, "eje y"

L₀: Valor de la ordenada en el origen (intercepto)

m: Pendiente de la recta

P: Valores asignados, "eje x"

Por el método de ajuste de mínimos cuadrados, se calculó m y el L₀, basándose en la concentración (x) vs áreas (y). Determinándose el valor "L_{estimada}", para evaluar el grado de ajuste de la recta.

$$L_{est} = mp + L_0$$

Ec.3

Se calculó la desviación estándar residual (S_{L,P}), desviación de la pendiente (S_m) y la desviación de la intersección con el eje (S_{L₀}) siendo estos necesarios para la determinación de los límites de confianza. También se determinó el coeficiente de correlación al cuadrado (R²), que no deberá ser menor al 0,990.

$$S_{L,P} = \sqrt{\frac{\sum (L_{obs} - L_{est})^2}{n - 2}}$$

Ec.4

Dónde:

$S_{L,P}$: Desviación estándar residual

L_{obs} : Valores observadas, (y observadas)

L_{est} : Y estimada

n : El número de pares de valores

$$S_m = \frac{S_{L,P}}{\sqrt{\sum (P_i - \bar{P})^2}}$$

Ec.5

Dónde:

P_i : Valor asignados, eje x (concentraciones)

\bar{P} : Media de los valores asignados(\bar{x})

$$S_{L_0} = S_m \sqrt{\frac{\sum P_i^2}{n}}$$

Ec.6

- *Función de respuesta del método*

Se determina calculando la recuperación del método (Ec.21).

Es posible que la función de respuesta del método sea igual a la instrumental si el porcentaje de recuperación es del 100%.

2.5.4.6.3 Sensibilidad

Es la pendiente (m) de la curva de calibración en cada punto, a mayor pendiente mayor sensibilidad (respuesta del método vs la concentración del analito)

2.5.4.6.4 Límites de confianza

Los límites de confianza máximo y mínimo de la pendiente (m_{max} y m_{min}) se calcula a través de la Ec. 7 y Ec. 8.

$$m_{max} = m + t \times S_m$$

Ec.7

$$m_{min} = m - t \times S_m$$

Ec.8

Los límites de confianza máximo y mínimo de la ordenada en el origen ($L_{o_{max}}$ y $L_{o_{min}}$) están dados por la Ec. 9 y Ec. 10:

$$L_{o_{max}} = L_o + t \times S_{L,P}$$

Ec.9

$$L_{o_{min}} = L_o - t \times S_{L,P}$$

Ec.10

Dónde:

S_m : Desviación estándar de la pendiente

$S_{L,P}$: Desviación estándar de los residuos

t: Es la t de Student para los grados de libertad n-2 y el nivel de significación correspondiente.

2.5.4.6.5 Límite de detección (LD)

El límite de detección del método se determinó a partir de la Ec. 11.

$$LD = \bar{L}_B + 3S_B$$

Ec.11

Dónde:

\bar{L}_B : Promedio de la señal del blanco

S_B : Desviación estándar del blanco

2.5.4.6.6 Límite de cuantificación (LC)

Para determinar el límite de cuantificación del método se emplea la Ec.12.

$$LC = \bar{L}_B + 10 S_B$$

Ec.12

2.5.4.6.7 Precisión (Repetibilidad / Reproducibilidad)

Para determinar la precisión, se utilizó el análisis de varianzas simple ANOVA. Como se muestra en la Tabla 2.7, para los dos analistas.

Tabla. 2.7 Esquema para el análisis simple de varianza

Nivel	OBSERVACIONES	DÍAS/ANALISTA				
		D1	D2	I	k - 1	K
	1	L ₁₁				
C1	2					
	J			L _{ij}		
	P - 1					
	P					L _{kp}

Dónde:

k : Grupos muestrales

p : Tamaño respectivo

n : Número total de elementos muestrales ($n = k * p$)

Las medias de cada día están definidas por:

$$\bar{L}_i = \frac{\sum_{j=1}^p L_{ij}}{p}$$

Ec.13

La media general es:

$$\bar{L} = \frac{\sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^p L_{ij}}{n} = \frac{\sum_{i=1}^k p \bar{L}_i}{n} = \frac{\sum_{i=1}^k \bar{L}_i}{k}$$

Ec.14

Calculando adicionalmente las desviaciones estándares de repetibilidad, reproducibilidad y residual.

La desviación estándar de repetibilidad (s_r) es:

$$S_r = \sqrt{DCM_w}$$

Ec.15

La desviación estándar de reproducibilidad (S_R) es:

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

Ec.16

La diferencia entre cuadráticas medias o desviación estándar residual (S_L^2) es:

$$S_L^2 = \frac{DCM_B - DCM_w}{P}$$

Ec.17

El denominador es (p) igual al número de observaciones que se realizan cada día en cada nivel. Si, por efectos aleatorios, $S_L^2 < 0$, debe asumirse $S_L^2 = 0$. Normalmente los valores de S_r (repetibilidad) deben ser menores que los valores de S_R (reproducibilidad).

Los valores de DCM_B y DCM_W son necesarios para el cálculo de la desviaciones estándar de repetibilidad (S_r) y de reproducibilidad (S_R).

Estas desviaciones se obtendrán, a través del análisis simple de varianza (ANOVA), como se representa en la Tabla 2.8

Tabla. 2.8 Análisis simple de varianza (ANOVA)

Origen de la varianza	Grados de libertad (ν)	Sumas de diferencias cuadráticas (SDC)	Diferencias cuadráticas medias (DCM = SDC/ ν)
Entre grupos (Between)	$\nu_1 = k - 1$	$SDC_B = \sum_{i=1}^k p (\bar{L}_i - \bar{L})^2$	$DCM_B = \frac{SDC_B}{k - 1}$
Dentro del grupo (Within)	$\nu_2 = n - k$	$SDC_W = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^p (L_{ij} - \bar{L}_i)^2$	$DCM_W = \frac{SDC_W}{n - 1}$
Total	$\nu = n - 1$ $\nu = \nu_1 + \nu_2$	$SDC_T = \sum_{i=1}^k \sum_{j=1}^p (L_{ij} - \bar{L})^2$ $SDC_T = SDC_B + SDC_W$	$DCM_T = \frac{SDC_T}{n - 1}$

La determinación de la precisión se caracterizó por el cálculo de los

porcentajes de los coeficientes de variación $\% CV_r$ y $\% CV_R$, donde \bar{L} es la media del grupo muestral.

Empleando Ec. 18 y Ec. 19, se calculó los porcentajes de los coeficientes de variación de la repetibilidad y de la reproducibilidad.

$$\% CV_r = \frac{S_r}{L}$$

Ec.18

$$\% CV_R = \frac{S_R}{L}$$

Ec.19

Para determinar si existe o no, diferencias entre los grupos de ensayo, se realizó una comparación entre el valor estimado de F y el valor tabulado de F.

De acuerdo a la Ec. 20 se calcula el valor estimado de F.

$$F = \frac{DCM_B}{DCM_W}$$

Ec.20

Para que no exista diferencias significativas entre los grupos se debe obtener que el F tabulado debe ser mayor que el F estimado

2.5.4.6.8 Exactitud

La exactitud se valorara con la determinación del porcentaje de recuperación para establecer el grado de concordancia entre el valor obtenido y el valor esperado. La recuperación en cada punto se calcula mediante la Ec. 21:

$$\% \text{ de Recuperación} = \frac{\text{Valor obtenido}}{\text{Valor de referencia}} \times 100$$

Ec.21

Dónde:

Valor obtenido: Resultado obtenido del análisis del MR utilizado.

Valor de referencia: Valor teórico.

2.5.4.6.9 Intervalo de trabajo validado

El intervalo de trabajo validado puede coincidir con el intervalo de trabajo deseable utilizado, en el estudio de la función de respuesta. Normalmente estará comprendido entre el Límite de Cuantificación y el valor asignado al mayor patrón utilizado.

2.5.4.6.10 Incertidumbre

Para la determinación de este parámetro de validación, se evaluó las

principales fuentes de incertidumbre que intervinieron en el proceso de la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos. En la Tabla 2.9 se muestran las fuentes de incertidumbre encontradas en el proceso analizado.

Tabla. 2.9 Fuentes de incertidumbre

Haps-HPLC	
Volumen	$u_{\text{cal material volumétrico}}$
	$u_{\text{diluciones de muestras}}$
Estándar	$u_{\text{cal de patrón}}$
	$u_{\text{dil de soluciones patrón}}$
Curva de Calibración	$u_m, u_L, u_{L0}, u_{\text{equipo}}$
Precisión	$u_{\text{precisión}}$
Material de Referencia	u_{MRC}

Una vez identificadas y evaluado las fuentes de incertidumbre, se procedió a la cuantificación de los componentes, tal como se indica a continuación:

- *Incertidumbre del volumen (u_{volumen})*

Para el cálculo de la incertidumbre del volumen se consideró dos fuentes individuales de incertidumbre.

$$u_{\text{volumen}} = \sqrt{(u_{\text{repetibilidad}})^2 + (u_{\text{dilucion}})^2}$$

Ec.22

- *Incertidumbre de repetibilidad/Incertidumbre de la precisión ($u_{\text{repetibilidad}}$)*

La incertidumbre asociada a la precisión del método se calculó a partir de los datos obtenidos de la desviación estándar de la repetibilidad (S_r) de los tres niveles (bajo, medio y alto).

$$u_{\text{repetibilidad}} = \frac{S_r}{\sqrt{n}}$$

Ec.23

Dónde:

n: Número de Repeticiones

- *Incertidumbre de dilución ($u_{\text{dilución}}$)*

A partir del material de referencia se preparó los diferentes niveles de concentración de los HAP'S, la ecuación a través de la cual se determina la incertidumbre combinada de la dilución es:

$$C_p * V_p = C_m * V_m$$

Ec.24

Dónde:

C_p : Concentración del patrón (estándar) para preparar los diferentes niveles de concentración.

C_m : Concentración de HAP'S para preparar a partir del estándar.

V_p : Volumen del estándar para la preparación de los diferentes niveles de concentración (Alícuota).

V_m : volumen de la solución preparada de los HAP'S a partir del estándar (Aforo).

De la Ec. 24 se despeja C_m para obtener los coeficientes de sensibilidad:

$$C_{vp} = \frac{\partial C_m}{\partial V_p} = \frac{C_p}{V_m}$$

Ec.25

$$C_{vm} = \frac{\partial C_m}{\partial V_m} = \frac{C_p * V_p}{V_m^2}$$

Ec.26

$$C_{pm} = \frac{\partial C_m}{\partial C_p} = \frac{V_p}{V_m}$$

Ec.27

Las Ecuaciones 25, 26 y 27 son remplazadas en la ecuación 28

$$u_{dilucio'n} = \sqrt{\left((C_{Pm})^2 * (u_{patron})^2 \right) + \left((C_{VP})^2 * (u_{pipeta})^2 \right) + \left((C_{Vm})^2 * (u_{balon})^2 \right)}$$

Ec.28

- *Incertidumbre de patrón ($u_{patrón}$)*

La incertidumbre del patrón se obtuvo del certificado del estándar, que se encuentra en el Anexo 7, con un nivel de confianza de 95% ($k = 2$).

$$u_{patrón} = \frac{u_{certificado}}{K = 2}$$

Ec.29

- *Incertidumbre de lamicropipeta (u_{pipeta}) e Incertidumbre del balón ($u_{balón}$)*

La incertidumbre de la micropipeta y del balón se obtuvo de los certificados de calibración interno del laboratorio CENTROCESAL (Anexo 4 y Anexo 5), estos valores se remplazaron en la Ec.28

- *Incertidumbre de la curva de calibración (u_{CL})*

La incertidumbre de la curva de calibración expresa solamente la incertidumbre asociada a los valores obtenidos de la respuesta del equipo (y), ya que la incertidumbre aportada de la concentración (x) es despreciable.

Realizándose con los datos promedios obtenidos en la curva de calibración de los tres días como se puede observar en el Anexo 9 y Anexo 10, y se calculó con la siguiente ecuación:

$$u_{CL} = \sqrt{u_{FR}^2 + u_{PC}^2 + u_{RESOL}^2 + u_{REP}^2}$$

Ec.30

- *Incertidumbre de la Función de respuesta (u_{FR})*

Se determinó la incertidumbre relativa y absoluta de la función de respuesta del equipo

$$u_{FR}(relativa) = \frac{u_{FR}(absoluta)}{P}$$

Ec.31

Dónde:

P: Concentración (x)

$$u_{FR}(absoluta) = u_{estandar} * K + F_{correccion}$$

Ec.32

Dónde:

K: Factor de cobertura (K=2)

F_{corrección}: Factor de corrección

El factor de cobertura se obtiene de la diferencia entre la concentración calculada (P_{cal}) y la concentración (P)

$$F_{corrección} = P_{cal} - P$$

Ec.33

Para el cálculo de la concentración calculada (P_{cal}) se obtuve a partir de Ec. 2

$$P_{cal} = \frac{L - L_o}{m}$$

Ec.34

- *Incertidumbre del estándar (u_{estandar})*

A partir de la ecuación de la recta (Ec. 2) se despeja P (concentración) para la obtención de los coeficientes de sensibilidad de la respuesta del instrumental o del área obtenida

(C_L), del intercepto (L_0) y de la pendiente (m).

$$C_L = \frac{\partial P}{\partial L} = \frac{1}{m}$$

Ec.35

$$C_{L_0} = \frac{\partial P}{\partial L_0} = -\frac{1}{m}$$

Ec.36

$$C_m = \frac{\partial p}{\partial m} = -\frac{L - L_0}{m^2}$$

Ec.37

Las ecuaciones de los coeficientes de sensibilidad, son remplazadas en la Ec. 38 para obtener la incertidumbre del estándar, que es necesario para el cálculo de incertidumbre absoluta.

$$u_{estandar} = \sqrt{(u_L^2 * C_L^2) + (u_{L_0}^2 * C_{L_0}^2) + (u_m^2 * C_m^2)}$$

Ec.38

Calculando las incertidumbres necesarias para el cálculo del estándar, como se muestra a continuación

- *Incertidumbre de la respuesta del equipo (abscisa-área)*

$$u_L = \sqrt{u_{\text{repetibilidad}}^2 + u_{\text{resolucion}}^2}$$

Ec.39

- *Incertidumbre de la repetibilidad*

Se calcula con la Ec. 23, con la diferencia que se utiliza la desviación estándar de la abscisa (S_L).

- *Incertidumbre de la resolución*

Se calcula a partir de la resolución del instrumento HPLC dividida para $\sqrt{3}$ de acuerdo a la Ec. 40

$$u_{\text{resol}} = \frac{\text{resolució'n}}{\sqrt{3}}$$

Ec.40

- *Incertidumbre del intercepto*

$$u_{L_0} = S_{L_0}$$

Ec.41

- *Incertidumbre de la pendiente*

$$u_m = S_m$$

Ec.42

- *Incertidumbre de calibración de estándares*

$$u_{PC} = \sqrt{(u_{\text{cal}})^2 + (u_{\text{dil}})^2}$$

Ec.43

La incertidumbre de la calibración (u_{cal}), se calcula a través de la Ec. 30y
la incertidumbre de la dilución (u_{dil}) se calcula en base a la Ec.28

- *Incertidumbre de MRC*

La desviación estar se encuentra en el certificado (ver Anexo 6)

$$u_{MRC} = s$$

Ec.44

- *Incertidumbre del método*

$$U_{metodo} = \sqrt{(u_{Cl})^2 + (u_{MRC})^2 + (u_{Vol})^2}$$

Ec.45

- *Incertidumbre del método absoluto*

$$U_{metodo}(absoluto) = (U_{metodo} * k) + f_{corrección}$$

Ec.46

- *Porcentaje de la incertidumbre del método relativa*

$$U_{metodo}(relativa) = \frac{U_{metodo}(absoluta) * 100}{Concentració'n}$$

Ec.47

CAPÍTULO 3: RESULTADOS

3.1 Parámetros físico-químicos

Para obtener los resultados del río Cuyabeno fue necesario realizar los análisis de los parámetros físico-químicos del agua, evaluados independientemente en base a normas nacionales (TULSMA) e internacionales (Ley General del Ambiente, Ley N° 28611 y el Decreto Legislativo N° 1013, Artículo 118 de la Constitución Política del Perú). Los resultados obtenidos en la toma de muestra del río Cuyabeno se presentan en las Tablas 3.1 y 3.2

Tabla.3.1 Datos de los análisis físico-químicos obtenidos el 15 de agosto del 2013

Cód	Tem. °C	pH	C.E. $\mu\text{S} / \text{cm}$	Alcalinidad. mg / L (CaCO ₃)	OD mg / L	DBO ₅ mg / L	HAP'S $\mu\text{g} / \text{L}$
A01	25	5,60	21,20	76,00	6,30	41,33	N.D
A02	22	5,65	7,30	72,40	6,40	42,16	N.D
A03	25	5,80	7,10	77,50	6,45	42,99	N.D
A04	23	5,80	6,30	74,00	6,40	42,16	N.D
A05	22	5,60	6,80	75,00	6,40	41,33	N.D

* N.D: No detectado

Tabla.3.2 Datos de los análisis físico-químicos obtenidos el 10 de octubre del 2013

Cód	Temp °C	pH	C.E. $\mu\text{S} / \text{cm}$	Alcalinidad. mg / L (CaCO ₃)	OD mg / L	DBO ₅ mg / L	HAP'S $\mu\text{g} / \text{L}$
A01	24	5,60	10,31	76,30	6,40	41,33	N.D
A02	23	5,85	10,74	72,50	6,30	41,33	N.D
A03	23	5,85	11,80	78,10	6,35	41,33	N.D
A04	24	5,62	9,88	73,10	6,45	42,99	N.D
A05	24	5,62	10,90	75,20	6,35	42,16	N.D

* N.D: No detectado

3.2 Índice de Calidad de Agua

Los resultados de los cálculos para la determinación de los índices de calidad del agua de cada parámetro y el ICA global obtenidos en el río Cuyabeno se ilustre en las Tablas 3.3

Tabla.3.3 Resultados del Índice de Calidad de Agua de los parámetros físico-químicos establecidos

Código	Índice de Calidad de Agua (ICA)				
	pH	C.E μS / cm	Alcalinidad. mg / L (CaCO ₃)	OD mg / L	DBO ₅ mg / L
Promedio Agosto	5.69	97,4	74,98	6,39	41,99
Promedio Octubre	5.71	107,3	75,04	6,37	41,83
Índices Particular(agosto)	58.69	95,22	47,04	90,77	9,70
Índices Particular (octubre)	58.33	91,79	47,03	90,48	9,73
ICA (AGOSTO)			57,03		
ICA (OCTUBRE)			56,42		

3.3 Estandarización del método

De acuerdo a las pruebas previas para la estandarización del método se estableció las condiciones cromatográficas más óptimas para la separación adecuada de los HAP'S, de las cuales se analizaron:

3.3.1 Tiempo de retención

Se realizó un análisis cualitativo, en el cual se determinó el tiempo de retención de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, estos pueden variar en +/-15% como se ilustra en la Tabla 3.4.

Tabla.3.4 Tiempos de retención

Nombre	Tiempo de retención
Naftaleno	7,48
Acenaftileno	8,47
Fluoreno	10,56
Acenafteno	11,06
Fenantreno	11,83
Antraceno	12,78
Fluoranteno	15,27
Pireno	16,76
Criseno	21,53
Benzo (a) antraceno	21,95
Benzo (b) fluoranteno	30,21
Benzo (k) fluoranteno	31,52
Benzo (a) pireno	34,47
Dibenzo (a,h) antraceno	41,31
Indeno (1,2,3- c,d) pireno	47,55
Benzo (g,i,h) perileno	49,85

3.3.2 Condición #1 y Condición# 2 (optimización)

Realizándose una comparación entre las dos condiciones, mediante el cálculo del coeficiente de correlación al cuadrado (R^2); este factor indica si existe una buena relación entre las variables de análisis.

En Tabla 3.5 se puede observar que el coeficiente de correlación al cuadrado (condiciones #1) de los siguientes compuestos: Acenafteno, Dibenzo (a,h) antraceno, Indeno (1,2,3- c,d) pireno y Benzo (g,i,h) perileno, poseen un valor menor 0.990, por tanto se rechaza ya que no cumplen con los objetivos de validación establecidos.

Condición #2 (optimización) el R^2 de todos los analitos cumplen con lo establecido ya que poseen un valor mayor o igual a 0.990.

Tabla.3.5 Coeficiente de correlación al cuadrado (R^2) de las dos condiciones del HPLC

COMPUESTO	R^2 condiciones#1	R^2 condiciones#2
Naftaleno	0,996	0,998
Acenaftileno	0,997	0,999
Fluoreno	0,997	0,998
Acenafteno	0,984	0,998
Fenantreno	0,997	0,998
Antraceno	0,997	0,999
Fluoranteno	0,997	0,997
Pireno	0,989	0,998
Criseno	0,998	0,999

COMPUESTO	R ² condiciones#1	R ² condiciones#2
Benzo (a) antraceno	0,996	0,998
Benzo (b) fluoranteno	0,998	0,999
Benzo (k) fluoranteno	0,996	0,998
Benzo (a) pireno	0,996	0,999
Dibenzo (a,h) antraceno	0,984	0,998
Indeno (1,2,3- c,d) pireno	0,983	0,998
Benzo (g,i,h) perileno	0,974	0,999

3.3.3 Análisis de los cromatogramas

Se efectuó una comparación entre los cromatogramas obtenidos de los seis niveles de concentración (ver Tabla 2.5), de cada condición cromatográfica, con esto se logró: la identificación de los analitos correspondientes, se verificó si existe o no una buena separación entre los picos y se comprobó si la línea base es la adecuada por su linealidad.

En las Figura 3.1, 3.2 y 3.3 se encuentran los cromatogramas obtenidos de la condiciones cromatográficas #1 de la primera, segunda y tercera concentración del estándar; en los cuales, se pudo observar a los 16 analitos aunque no existe una separación apreciable entre los picos y la línea base no es la adecuada, ya que no es lineal aunque se va mejorando cada que se aumenta la concentración.

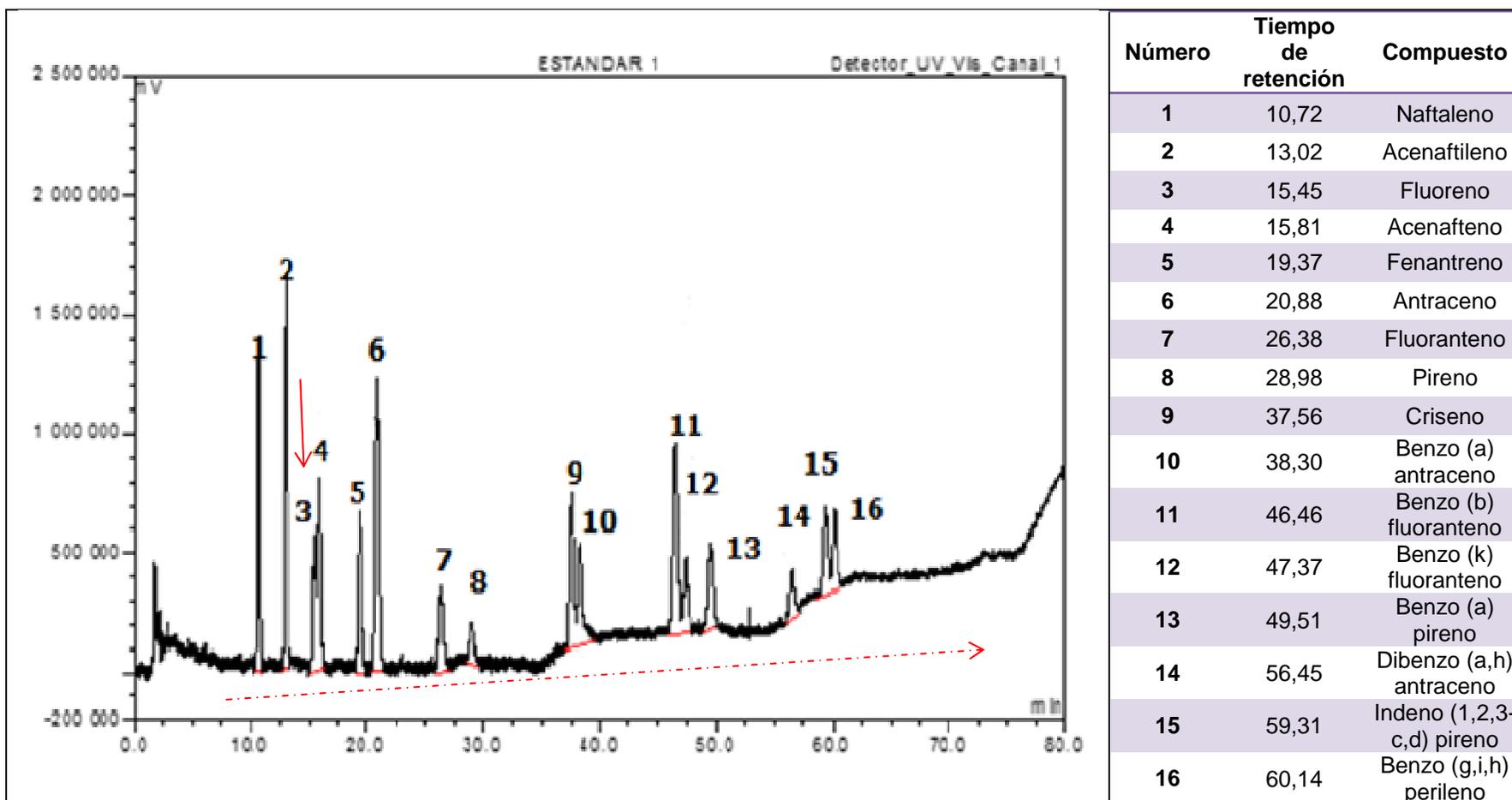


Figura 3.1 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la primera concentración del estándar

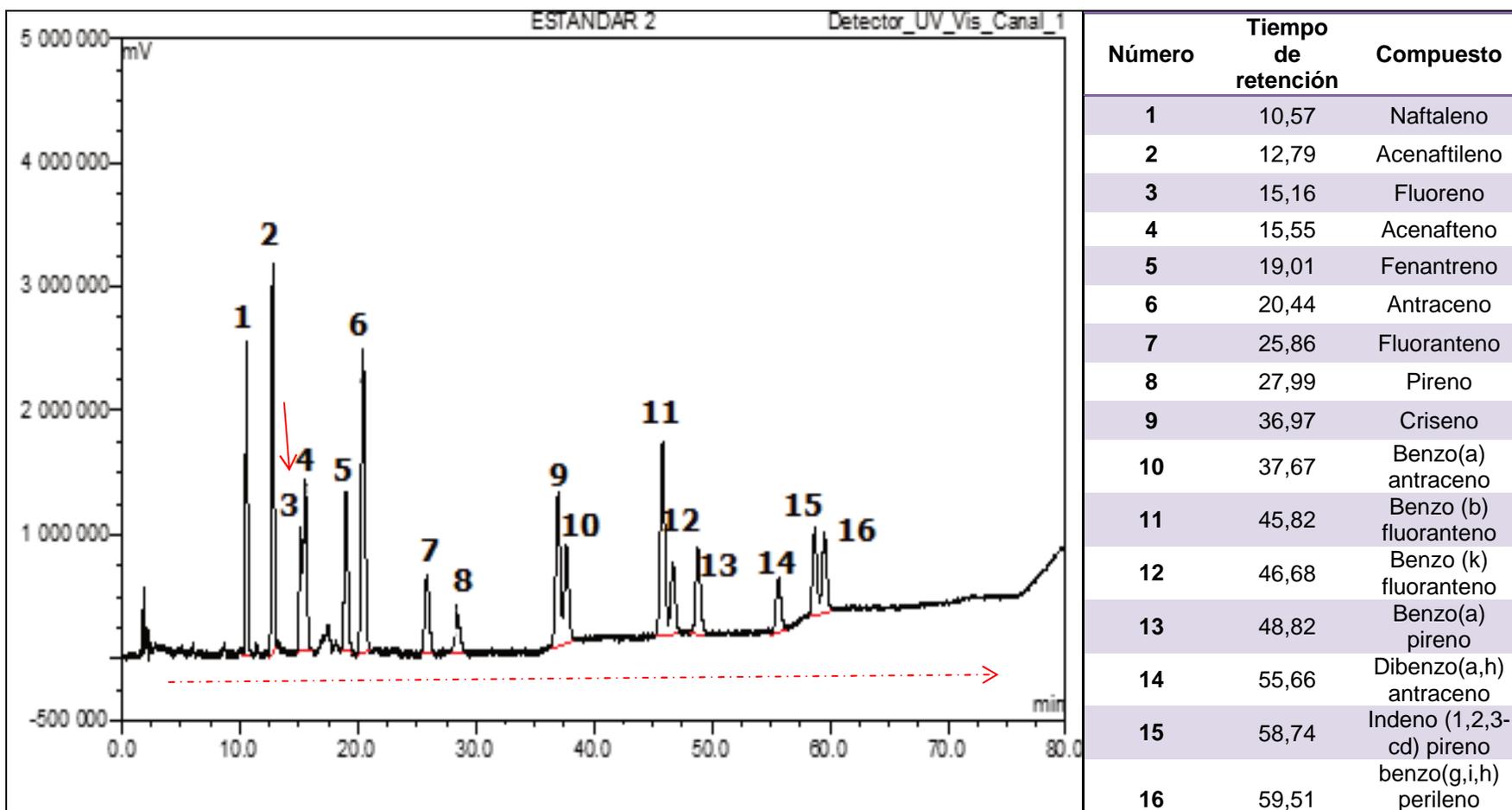


Figura 3.2 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la segunda concentración del estándar

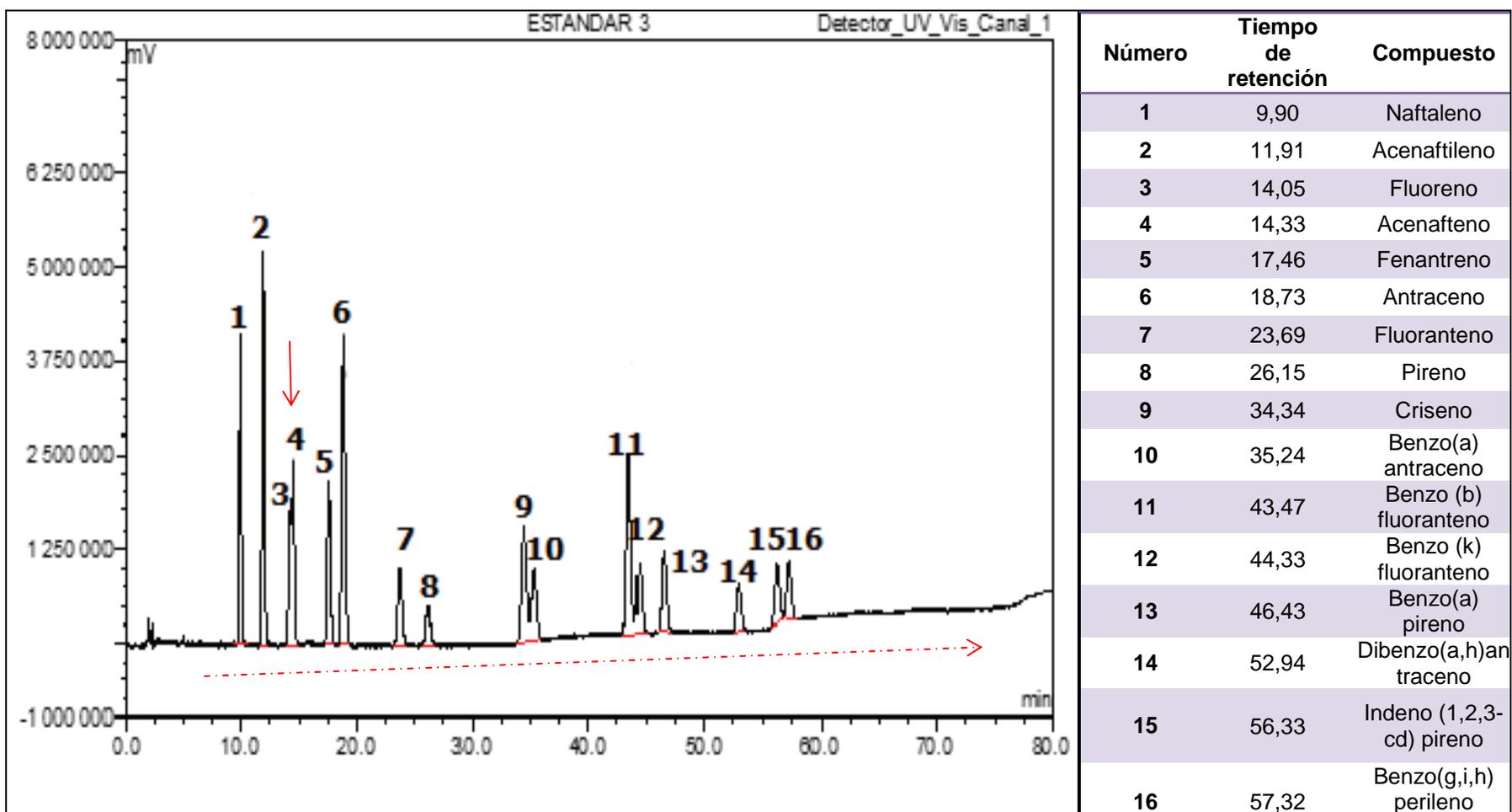


Figura 3.3 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la tercera concentración del estándar

En las Figura 3.4, 3.5 y 3.6 se localizan los cromatogramas obtenidos de las condiciones cromatográficas # 1 de la cuarta, quinta y sexta concentración del estándar.

En los cuales, se puede observar en los tres cromatogramas que presentan una adecuada línea base (entre mayor es la concentración, la línea base es mejor) sin embargo la separación entre los picos no es satisfactoria ya que no se pudo determinar a todos los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, los analitos no encontrados son: fluoreno y el acenafteno

En las Figuras 3.7, 3.8, 3.9, 3.10, 3.11 y 3.12 se encuentran los cromatogramas obtenidos de las condiciones cromatográficas #2 de la primera, segunda, tercera, cuarta, quinta y sexta concentración del estándar.

En cada cromatograma se muestran a los siguientes hidrocarburos aromáticos policíclicos: naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenantreno, antraceno, fluoranteno, pireno, criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno, benzo (k) fluoranteno, benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, indeno (1,2,3-c,d) pireno y benzo (g,i,h) perileno, también presenta una correcta separación entre picos y la línea base es la adecuada.

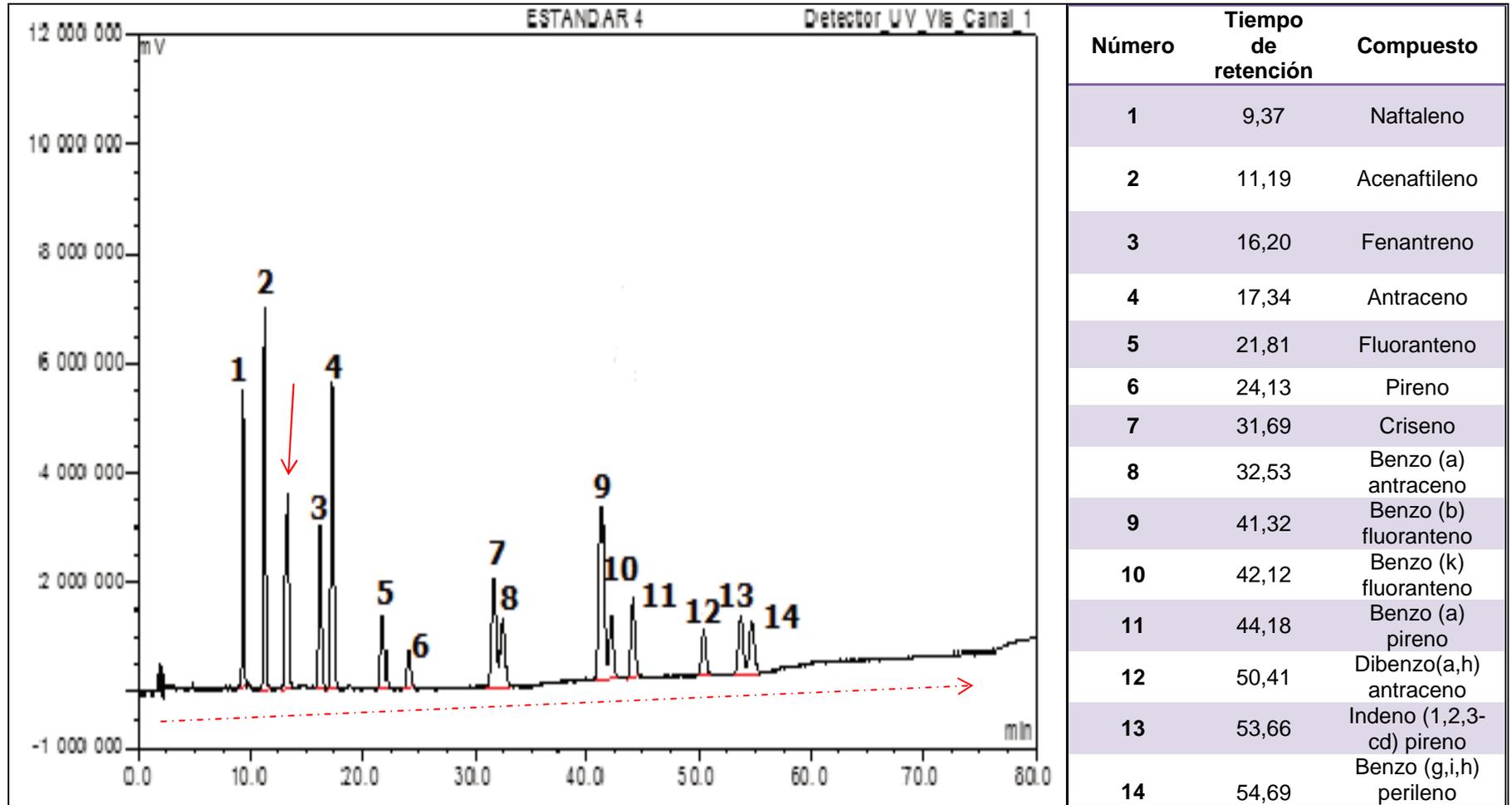


Figura 3.4 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la cuarta concentración del estándar

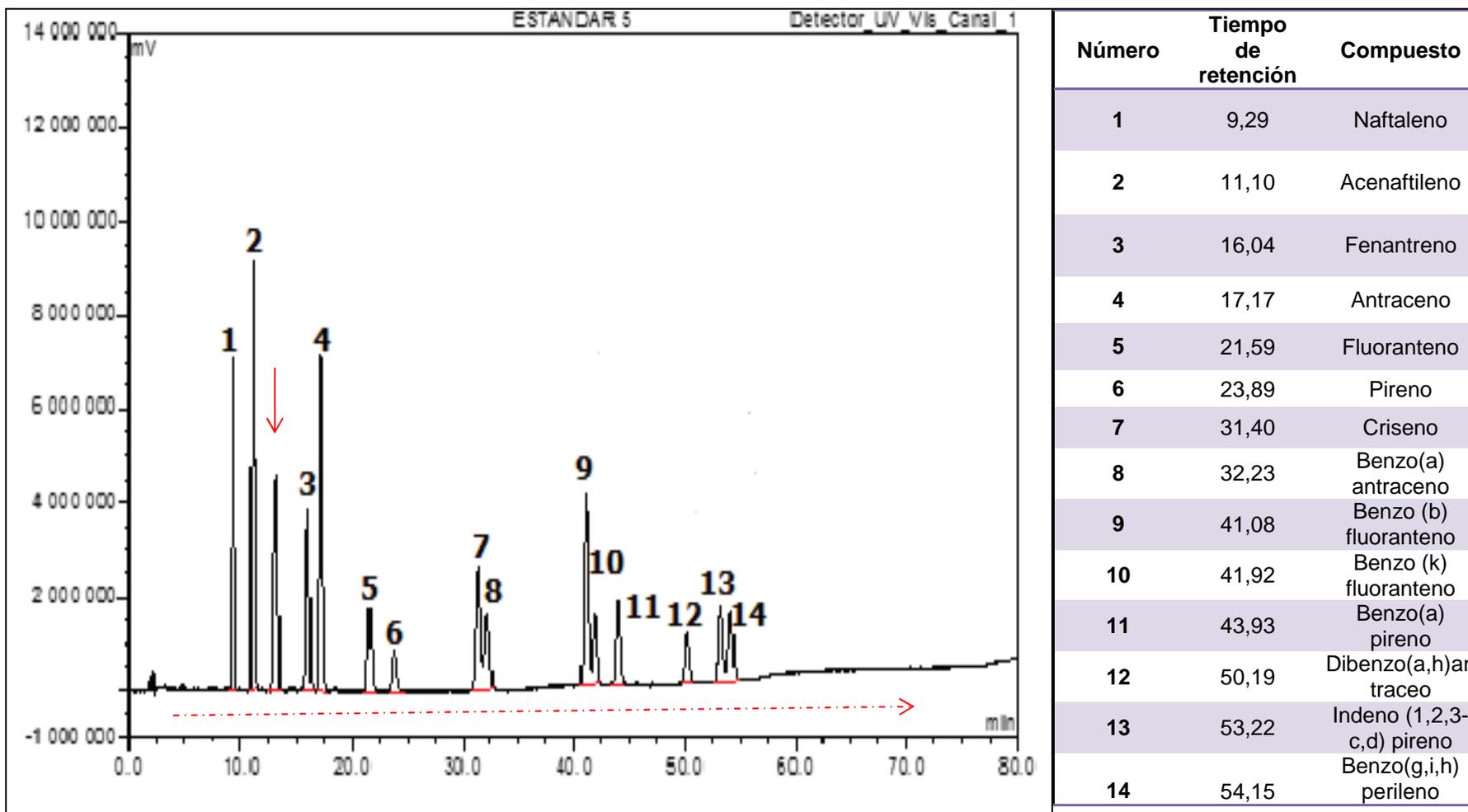


Figura 3.5 Cromatograma de las condiciones cromatográficas #1 de la quinta concentración del estándar

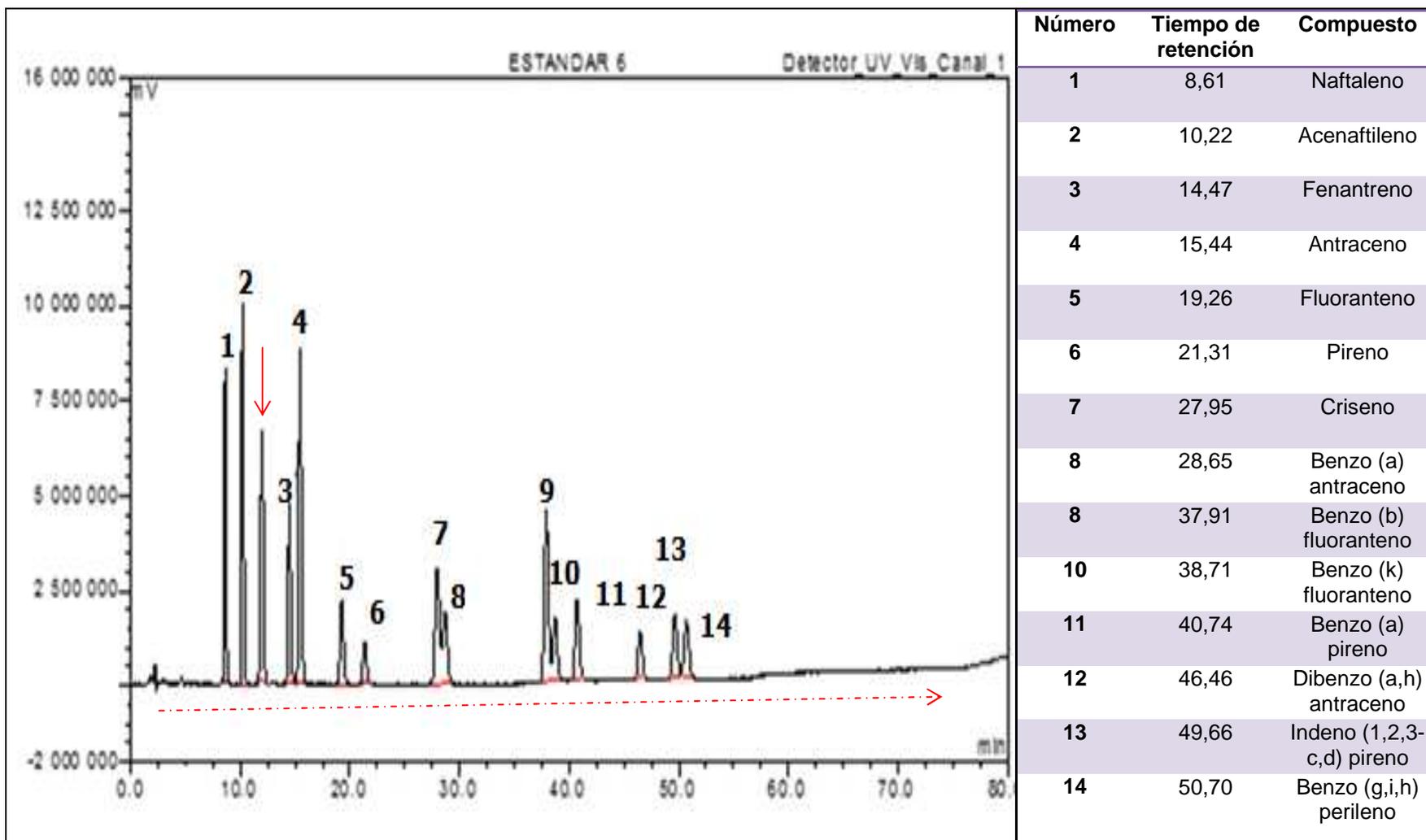


Figura 3.6 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 1 de la sexta concentración del estándar

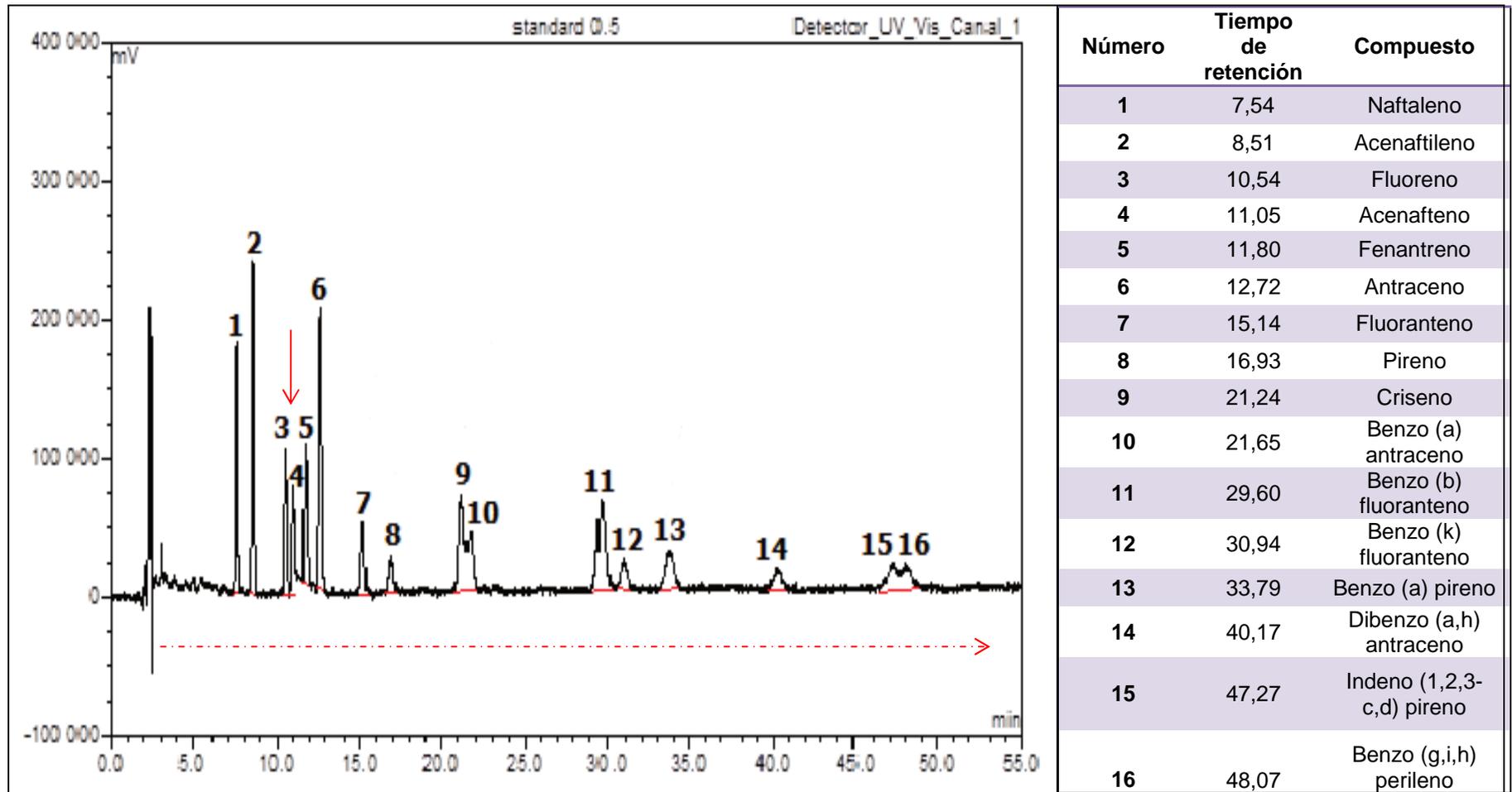


Figura 3.7 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la primera concentración del estándar

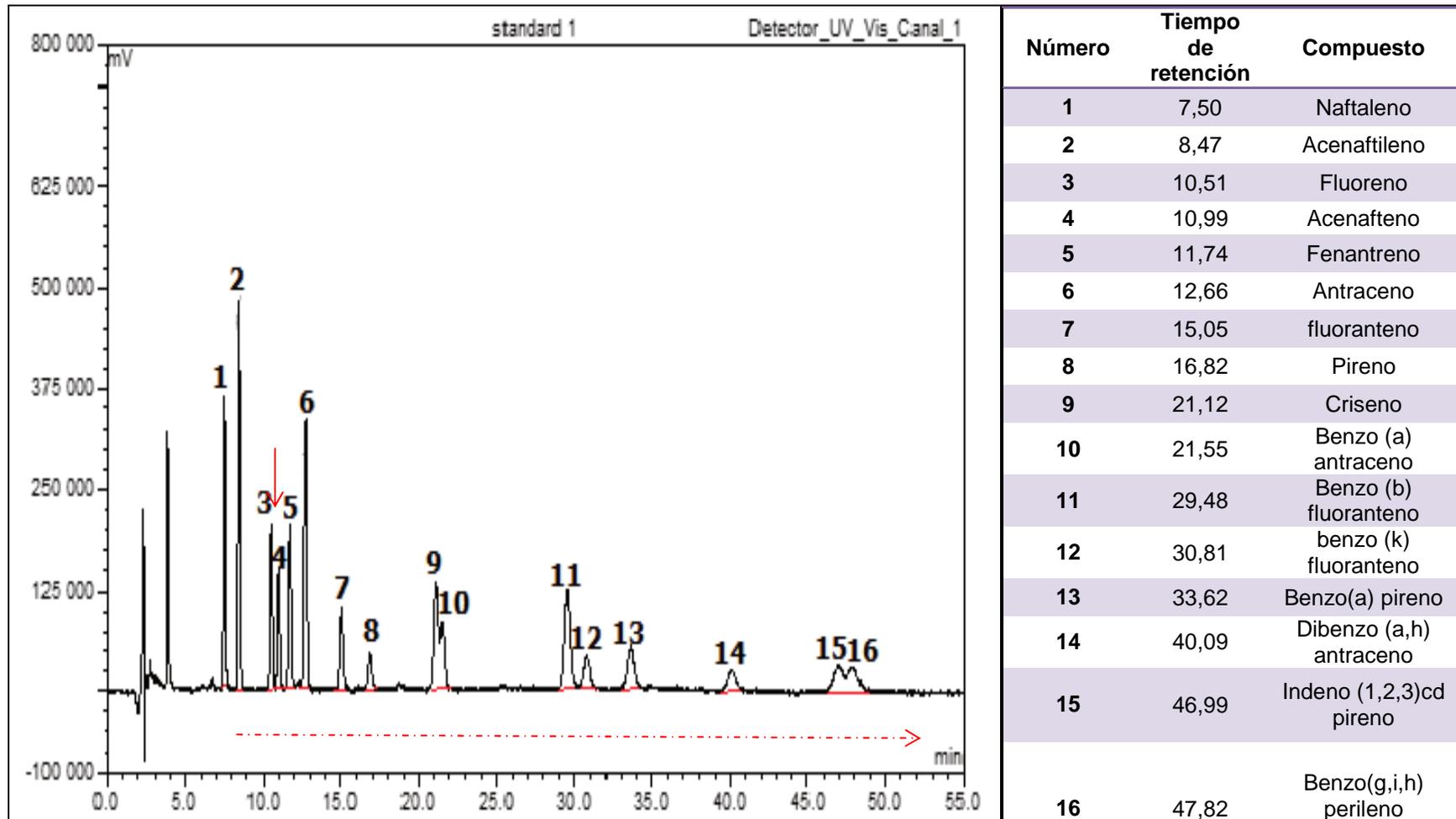


Figura 3.8 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la segunda concentración del estándar

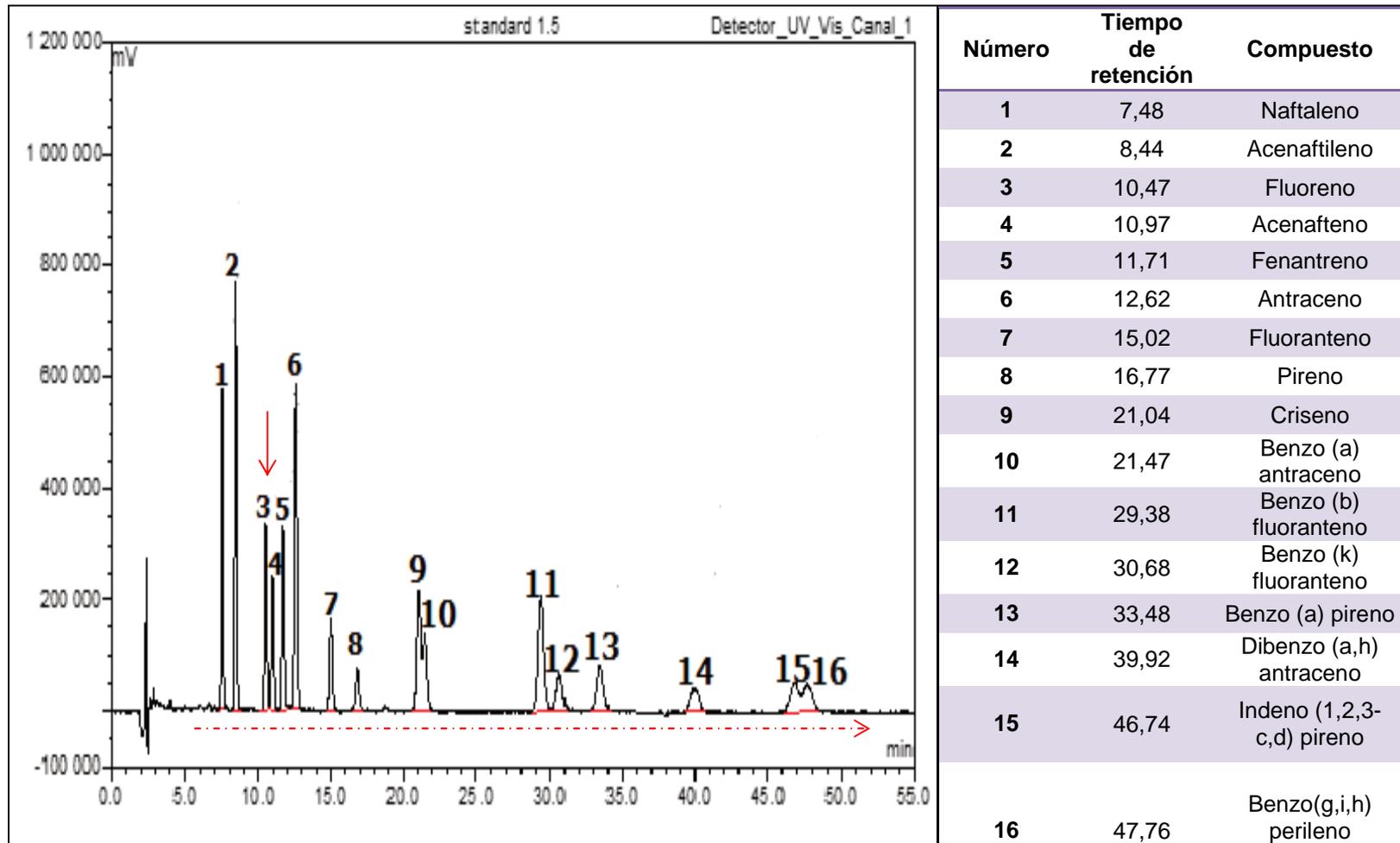


Figura 3.9 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la tercera concentración del estándar

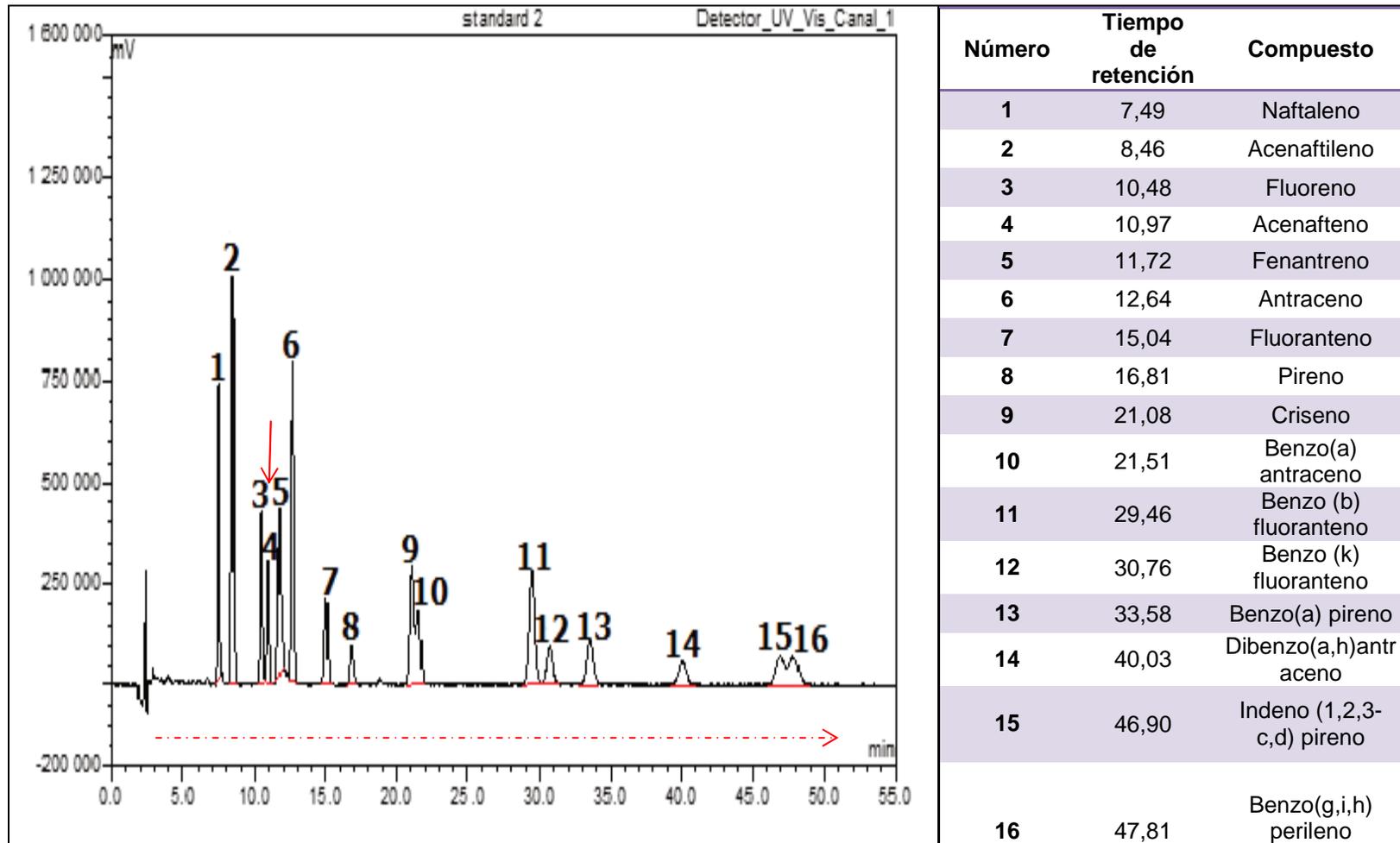


Figura 3.10 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la cuarta concentración del estándar

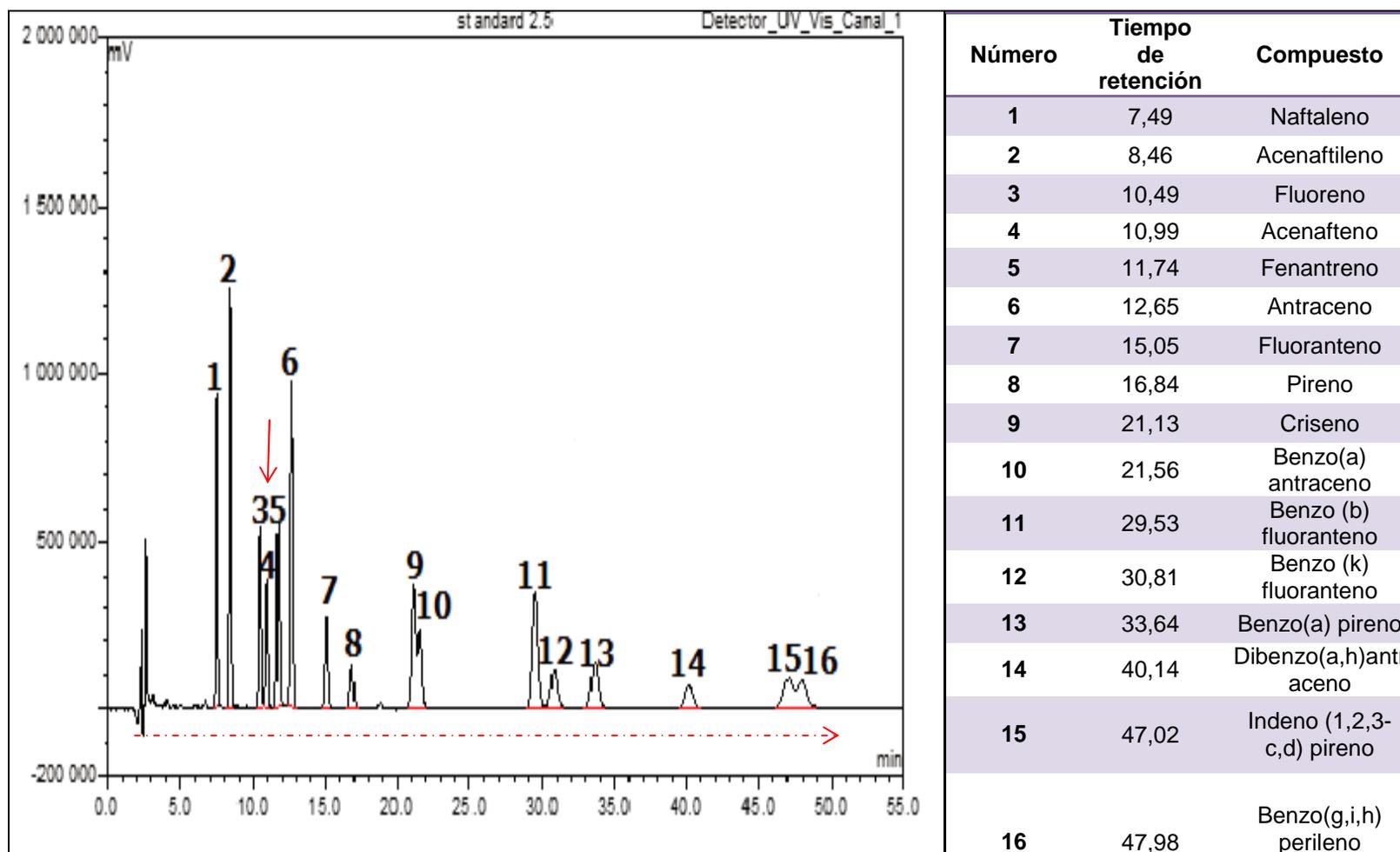


Figura 3.11 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la quinta concentración del estándar

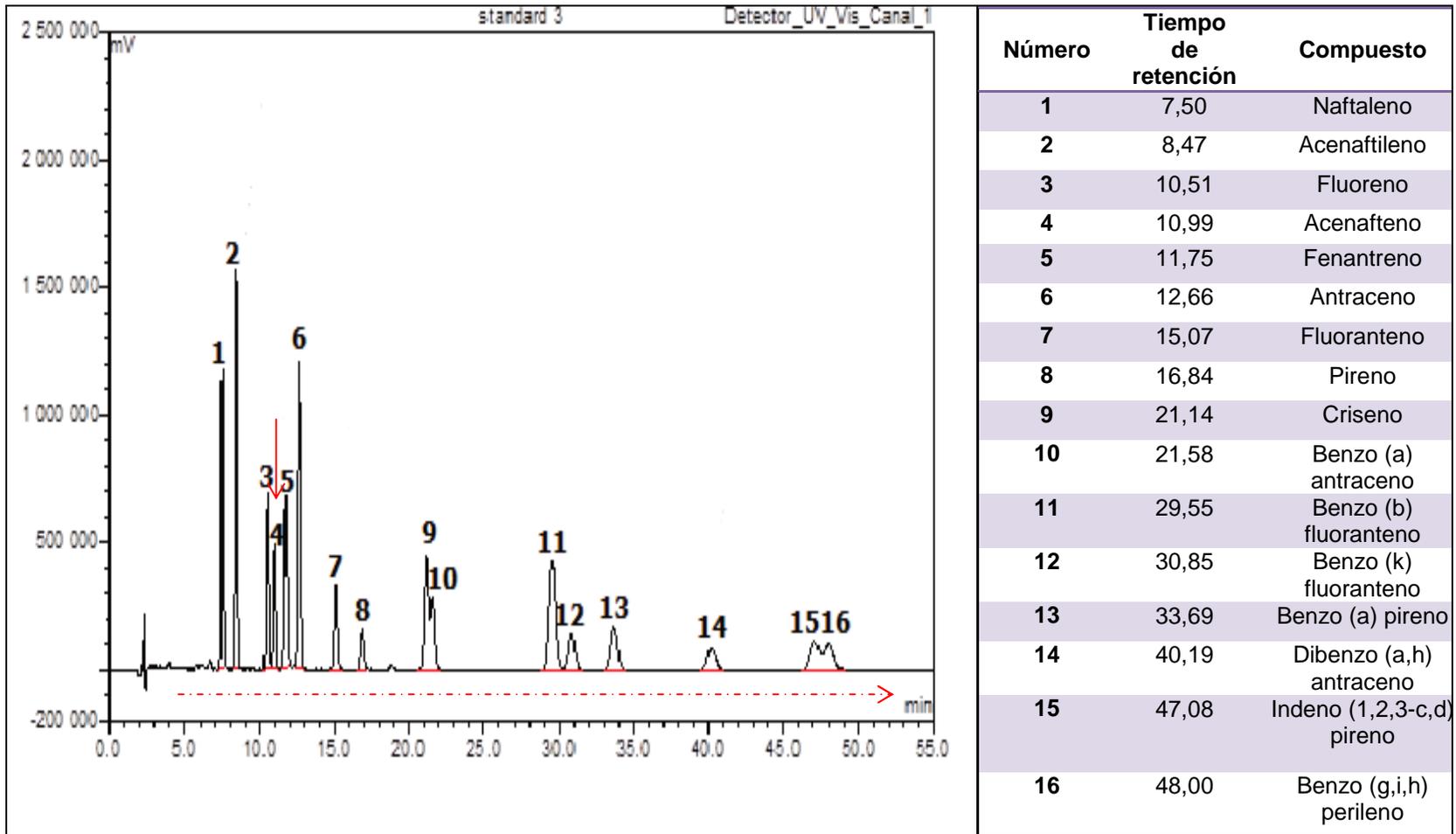


Figura 3.12 Cromatograma de las condiciones cromatográficas # 2 de la sexta concentración del estándar

3.4 Parámetros de validación

Estos parámetros se realizaron con la condición cromatográfica # 2, en base a valores experimentales obtenidos en la elaboración del diseño experimental, se calcularon los parámetros de validación entre ellos: linealidad, límite de detección y cuantificación, precisión (repetibilidad y reproducibilidad), exactitud, incertidumbre e intervalo de trabajo; para la aceptación de la validación del método en la determinación de HAP'S, de acuerdo al cumplimiento de los objetivos de validación con herramientas estadísticas.

3.4.1 *Función de respuesta / linealidad*

La determinación de la linealidad del método se realizó obteniendo la pendiente (m), el intercepto con el eje de la Y (L_0) y el coeficiente de correlación al cuadrado (R^2). En el Anexo 8 se encuentran los datos requeridos para estos cálculos. Como se puede observar en las Figuras 3.13, 3.14 y 3.15 se encuentran las curvas de calibración, el coeficiente de correlación al cuadrado y las ecuaciones de la recta de cada analito, adquiridos en los tres días. La relación estadística es significativa entre las áreas (respuesta obtenida) y las concentraciones de cada analito, ya que los valores de los coeficientes de correlación al cuadrado (R^2) de todas las curvas son mayores a 0,990 encontrándose en el rango permisible, determinado en los objetivos de validación.

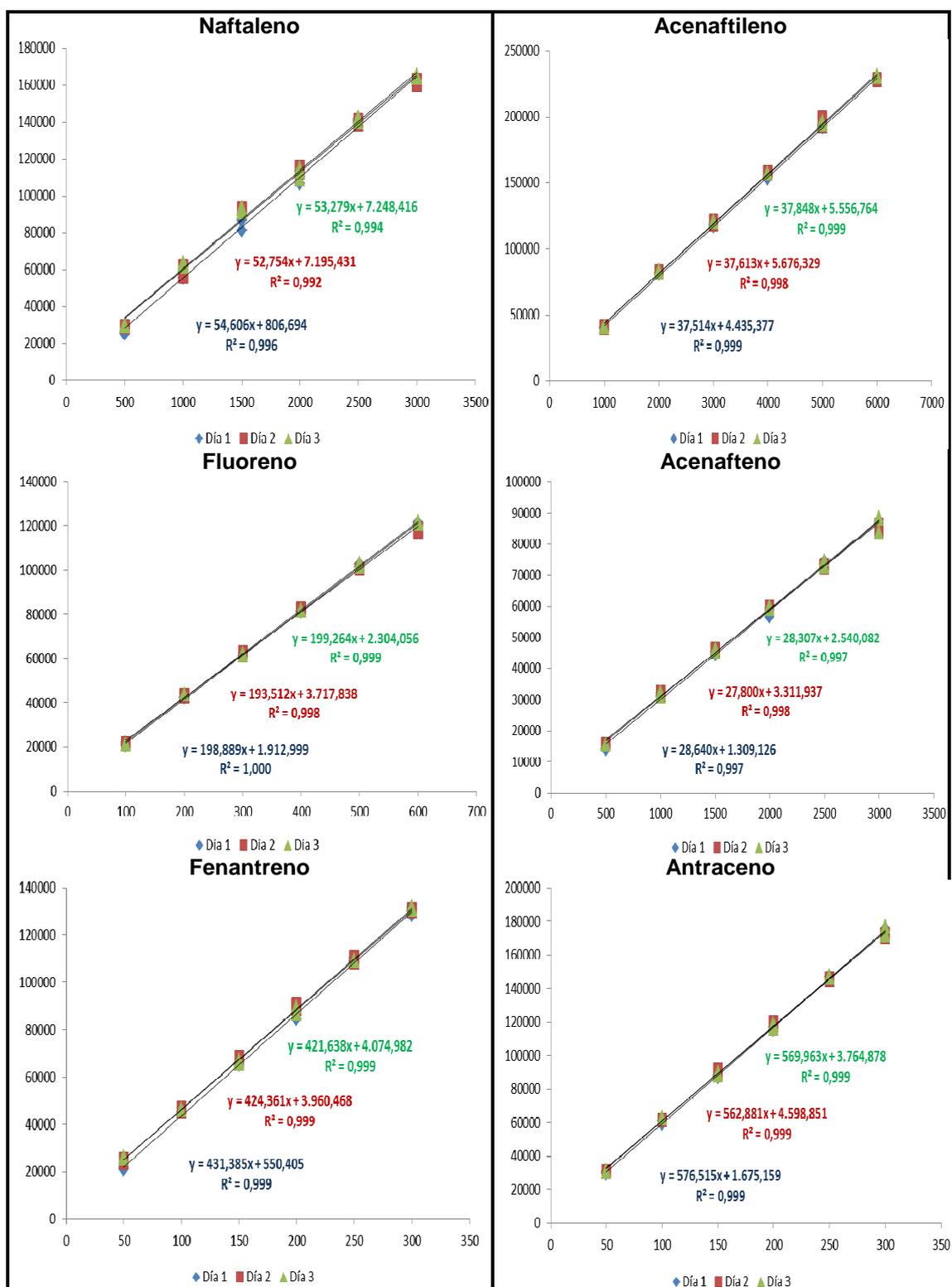


Figura 3.13 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenantreno y antraceno

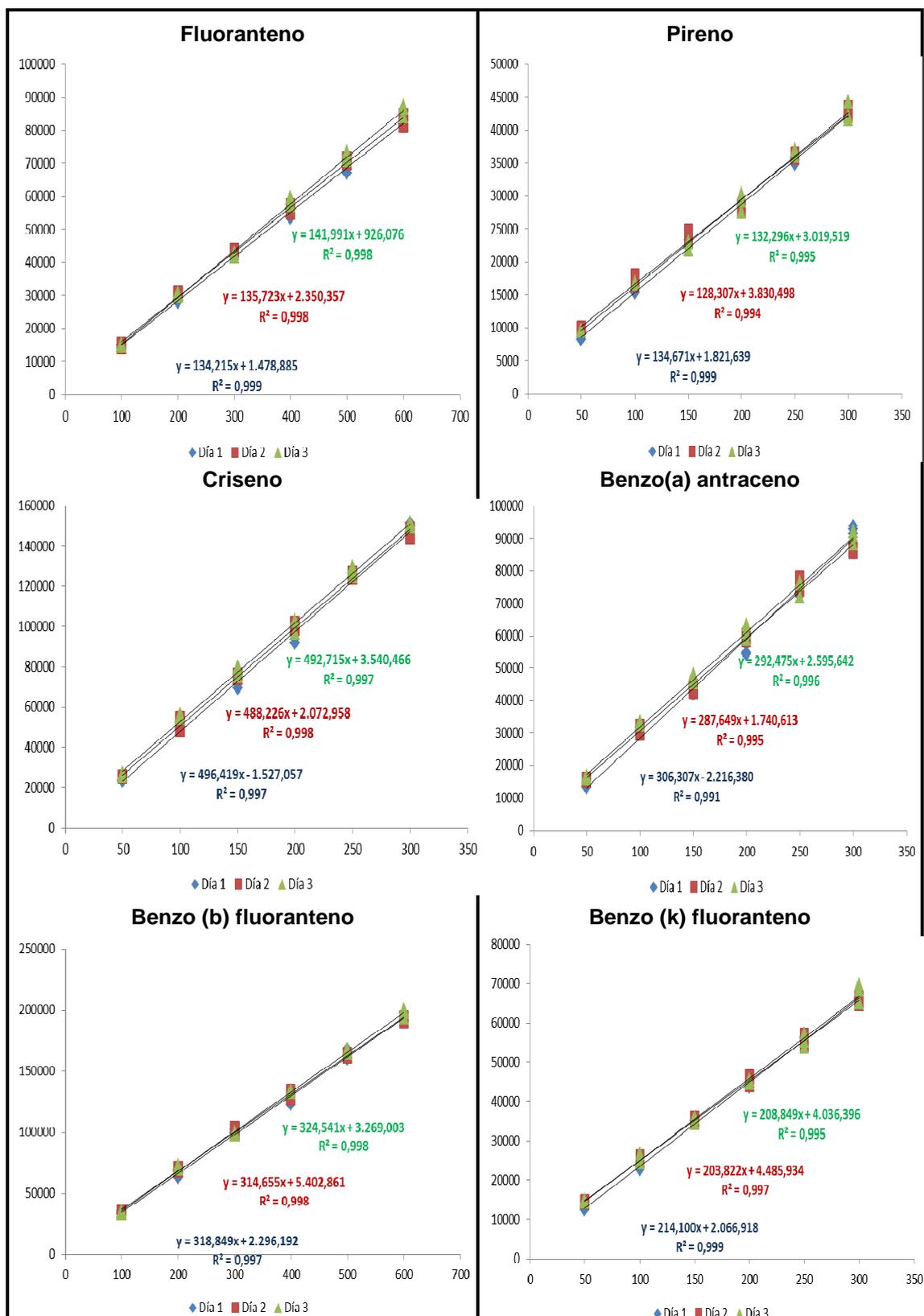


Figura 3.14 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del fluoranteno, pireno, criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno y benzo (k) fluoranteno

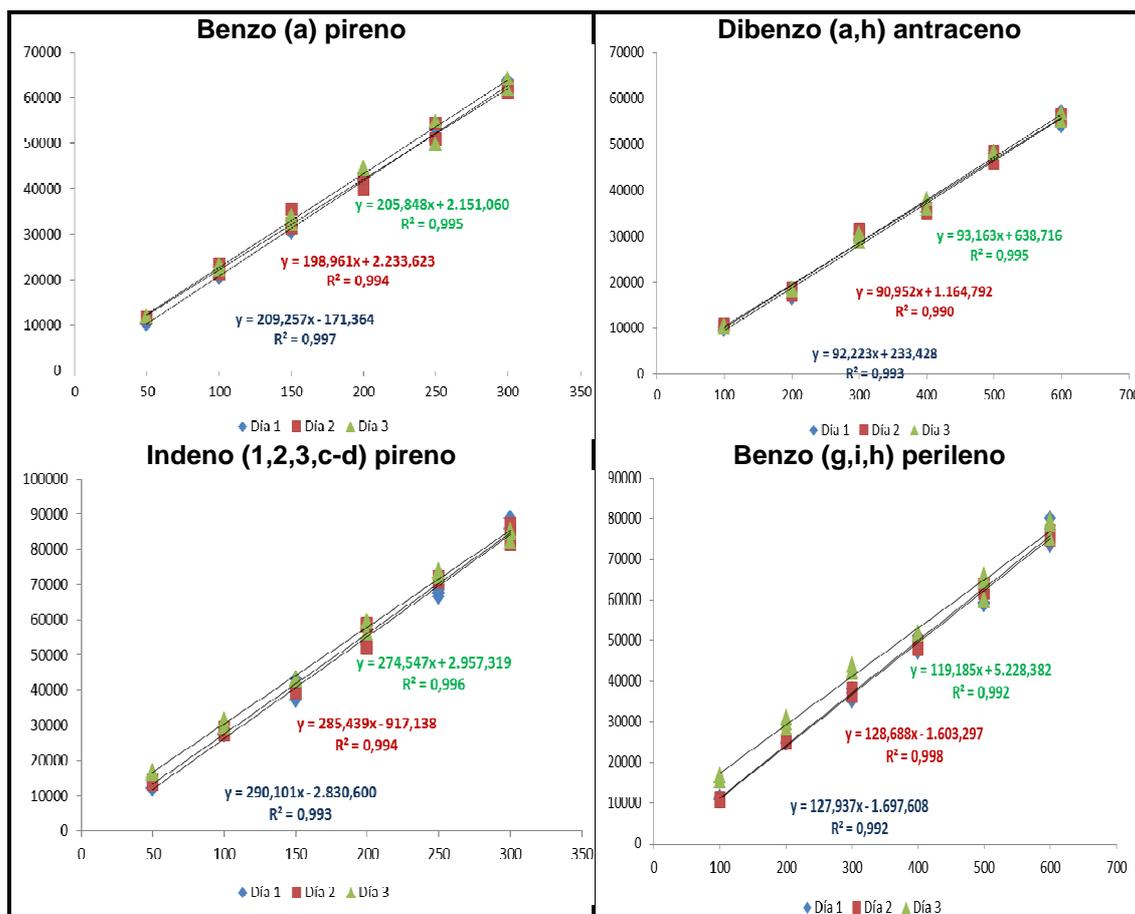


Figura 3.15 Curvas de calibración de los tres días (Concentración vs Área) del benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, Indeno (1,2,3, c-d) pireno y benzo (g,i,h) perileno

Se realizó el cálculo del porcentaje de recuperación, de cada uno de los estándares de calibración de cada analito, para la determinación de la función de respuesta del método; en el Anexo11, se encuentran los porcentajes de recuperación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, mismos que se encuentran en el rango de 70 a 120 % cumpliendo con los objetivos de validación establecidos.

También se calculó los porcentajes de los coeficientes de variación de la repetibilidad y de la reproducibilidad.

3.4.2 Límites de confianza

Con los resultados obtenidos de cada curva de calibración en cada día, de cada hidrocarburo aromático policíclicos, se realizó un análisis de regresión lineal global, logrando la obtención de los límites de confianza, mediante el parámetro estadístico t-student al 95% de confianza. En la Tabla 3.6 se puede observar los valores máximos y mínimos globales, tanto para la pendiente (m_{\max} y m_{\min}) como del intercepto (L_{\max} y L_{\min}) de cada analito. Las pendientes y los interceptos obtenidos en las curvas de calibración de los tres días se encuentran dentro de estos intervalos de confianza encontrados.

Tabla.3.6 Limite de confianza de la pendiente y el intercepto de los 16 HAP'S

Compuesto	m_{\max}	m_{\min}	L_{\max}	L_{\min}
Naftaleno	56,509	50,218	12135,154	-2898,608
Acenaftileno	38,401	36,826	8742,294	2607,390
Fluoreno	202,200	189,430	5307,524	1072,942
Acenafteno	29,418	27,111	4654,372	-206,299
Fenantreno	439,962	416,238	5165,804	-1119,712
Antraceno	583,579	553,493	6426,964	299,677
Fluoranteno	145,354	131,636	3739,370	-383,710
Pireno	137,491	123,188	4827,360	1303,276
Criseno	511,510	476,433	6312,501	-4465,546
Benzo (a) antraceno	321,348	277,167	4457,840	-5145,171
Benzo (b)fluoranteno	331,585	306,942	8406,789	-1459,087
benzo(k) fluoranteno	218,079	198,223	5589,148	1292,177
Benzo (a) pireno	214,889	191,015	3780,780	-1268,207
Dibenzo (a,h) antraceno	96,718	86,189	3019,718	-1367,370
Indeno (1,2,3,c-d) pireno	302,780	265,896	4641,806	-5299,317
Benzo (g,i,h) perileno	133,947	113,349	7501,252	-4038,272

3.4.3 Límite de detección y cuantificación

En la Tabla 3.7 se encuentra los valores mínimos detectables de cada analito (LD) y de la misma manera se muestra los valores de las cantidades mínimas de los 16 HAP'S que se han cuantificado (LC). En el Anexo 9 se encuentra los datos que se utilizaron para el cálculo de estos parámetros de validación.

De esta manera se puede deducir, que el límite de detección obtenido de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, se encuentra en el rango permisible de 0,001 a 0,013 $\mu\text{g} / \text{L}$, de igual manera el límite de cuantificación de los 16 analitos, se localizan en el intervalo de 0,002 a 0,44 $\mu\text{g} / \text{L}$, cumpliendo con lo propuesto.

Tabla.3.7 Resultados del cálculo del límite de detección y cuantificación de los 16 HAP'S

Compuesto	LD método ($\mu\text{g}/\text{L}$)	LC método ($\mu\text{g}/\text{L}$)
Naftaleno	0,13	0,44
Acenaftileno	0,01	0,02
Fluoreno	0,001	0,002
Acenafteno	0,09	0,31
Fenantreno	0,02	0,05
Antraceno	0,002	0,01
Fluoranteno	0,003	0,01
Pireno	0,02	0,07
Criseno	0,01	0,02
Benzo(a) antraceno	0,01	0,04
Benzo (b) fluoranteno	0,004	0,01
Benzo (k) fluoranteno	0,01	0,04
Benzo(a) pireno	0,01	0,04
Dibenzo(a,h)antraceno	0,01	0,03
Indeno (1,2,3,c-d) pireno	0,02	0,08
Benzo(g,i,h) perileno	0,08	0,25

3.4.4 Precisión

Para establecer la precisión se realizó el cálculo, de los porcentajes de los coeficientes de variación de repetibilidad (%CVR), de reproducibilidad (%CVR) y de $F_{\text{calculada}}$.

En la Tabla 3.8 se presenta los resultados obtenidos de la precisión en base al cálculo del ANOVA de los tres niveles de concentración (bajo, medio y alto) del material de referencia enriquecido y un solo nivel para el material de referencia certificado, para la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos.

Al comparar los valores de la F_{Cal} con los valores de la F_{Tab} de cada concentración, tanto para el material de referencia enriquecido (MRs) como para el material de referencia certificado (MRC) en cada analito; se puede observar que los valores de F_{Cal} son menores que los valores de la F_{Tab} , con estos se confirma que no existe diferencias estadísticas entre los analistas y los días, de igual forma los porcentajes de los coeficientes de variación tanto para la repetibilidad como la reproducibilidad son menores al 5%, cumpliendo así con los objetivos planteados.

En el Anexo 12 se presentan los datos requeridos para los cálculos de los porcentajes de los coeficientes de variación y el porcentaje de recuperación de cada analito.

Tabla.3.8 Resultados del análisis de precisión del método para la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos.

Compuesto	Concentración µg/L	Repetibilidad % CVr	Reproducibilidad %CVR	Entre analistas y días	
				F _{Cal}	F _{Tab}
Naftaleno	MRs 1,00	0,17	1,30	1,15	4,96
	MRs 2,00	0,41	1,85	0,04	4,96
	MRs 3,00	0,93	2,26	0,21	4,96
	MRC 2,01	0,98	3,16	1,00	7,71
Acenaftileno	MRs 2,00	2,62	2,96	0,0003	4,96
	MRs 4,00	0,83	1,60	0,16	4,96
	MRs 6,00	0,67	1,17	0,45	4,96
	MRC 2,74	0,41	0,64	5,37	7,71
Fluoreno	MRs 0,20	2,91	3,37	0,001	4,96
	MRs 0,40	1,03	1,60	0,92	4,96
	MRs 0,60	1,02	1,02	0,15	4,96
	MRC 9,79	0,42	0,43	1,26	7,71
Acenafteno	MRs 1,00	3,05	3,21	0,01	4,96
	MRs 2,00	1,66	2,01	0,11	4,96
	MRs 3,00	1,62	1,62	0,12	4,96
	MRC 12,30	0,93	1,52	6,02	7,71
Fenantreno	MRs 0,10	3,97	4,45	0,33	4,96
	MRs 0,20	1,29	2,27	0,42	4,96
	MRs 0,30	1,61	3,24	0,29	4,96
	MRC 4,01	0,34	0,60	7,13	7,71
Antraceno	MRs 0,10	2,68	2,93	0,51	4,96
	MRs 0,20	0,90	1,84	1,28	4,96
	MRs 0,30	0,76	1,53	0,51	4,96
	MRC 3,15	0,13	0,13	0,65	7,71
Fluoranteno	MRs 0,20	3,58	3,58	0,09	4,96
	MRs 0,40	2,31	3,43	1,60	4,96
	MRs 0,60	1,16	1,21	2,47	4,96
	MRC 4,25	0,24	0,36	4,96	7,71
Pireno	MRs 0,10	2,79	4,30	0,42	4,96
	MRs 0,20	3,47	4,39	1,21	4,96
	MRs 0,30	3,89	3,89	0,36	4,96
	MRC 4,38	0,23	0,32	3,66	7,71
Criseno	MRs 0,10	3,45	3,78	0,97	4,96
	MRs 0,20	2,34	3,09	2,24	4,96
	MRs 0,30	1,82	3,47	0,04	4,96
	MRC 4,25	0,19	0,19	0,001	7,71
Benzo (a) antraceno	MRs 0,10	3,08	3,08	0,82	4,96
	MRs 0,20	1,99	3,85	3,59	4,96
	MRs 0,30	2,45	2,45	0,27	4,96
	MRC 2,36	0,57	0,57	0,13	7,71
Benzo (b) fluoranteno	MRs 0,20	3,13	3,14	1,89	4,96
	MRs 0,40	1,18	1,18	0,14	4,96
	MRs 0,60	1,16	1,44	0,12	4,96
	MRC 2,39	0,26	0,31	2,50	7,71
Benzo (k) fluoranteno	MRs 0,10	1,42	4,29	0,39	4,96
	MRs 0,20	2,99	4,07	1,17	4,96
	MRs 0,30	2,24	2,66	1,81	4,96
	MRC 4,55	0,28	0,28	0,43	7,71

Continúa...

Compuest o	Concentración µg/L	Repetibilidad % CVr	Reproducibilidad %CVR	Entre analistas y días	
				F _{Cal.}	F _{Tab}
Benzo (a) pireno	MRs 0,10	3,28	3,31	0,05	4,96
	MRs 0,20	3,43	3,96	0,03	4,96
	MRs 0,30	3,69	4,77	0,02	4,96
	MRC 3,00	0,19	0,20	0,13	7,71
Dibenzo (a,h) antraceno	MRs 0,20	1,58	3,47	3,68	4,96
	MRs 0,40	3,16	4,11	2,16	4,96
	MRs 0,60	1,44	4,57	1,27	4,96
	MRC 1,40	0,85	0,86	1,09	7,71
Indeno (1,2,3,c-d) pireno	MRs 0,10	3,23	3,23	0,004	4,96
	MRs 0,20	2,30	3,28	4,79	4,96
	MRs 0,30	4,20	4,20	0,12	4,96
	MRC 3,23	0,53	0,65	2,43	7,71
Benzo (g,i,h) perileno	MRs 0,20	3,17	4,61	3,01	4,96
	MRs 0,40	2,66	3,35	4,62	4,96
	MRs 0,60	3,20	4,37	0,04	4,96
	MRC 4,84	0,11	0,19	7,54	7,71

3.4.5 Exactitud

Para la determinación de la exactitud se calculó el porcentaje de recuperación, tanto para el material de referencia enriquecido (MRs) como para el material de referencia certificado (MRC) para cada uno de los hidrocarburos aromáticos policíclicos.

En la Tabla 3.9 se ilustran los resultados de los porcentajes de recuperación (% R) de cada analito. Los valores obtenidos de los 16 HAP'S se encuentran en el rango establecido de 70 a 120 %, alcanzando una exactitud adecuada, ya que cumple con lo estipulado.

Tabla.3.9 Resultados del porcentaje de recuperación de los 16 HAP'S

Compuesto	Concentración µg/L	% R
Naftaleno	MRs	1,00 97,67
		2,00 98,02
		3,00 97,56
	MRC	2,01 73,60
Acenaftileno	MRs	2,00 104,86
		4,00 99,22
		6,00 98,08
	MRC	2,74 77,74
Fluoreno	MRs	0,20 103,39
		0,40 97,65
		0,60 97,86
	MRC	9,79 92,45
Acenafteno	MRs	1,00 103,40
		2,00 97,55
		3,00 97,40
	MRC	12,30 86,61
Fenantreno	MRs	0,10 101,12
		0,20 97,36
		0,30 98,34
	MRC	4,01 99,24
Antraceno	MRs	0,10 104,21
		0,20 99,94
		0,30 99,27
	MRC	3,15 119,27
Fluoranteno	MRs	0,10 104,65
		0,20 100,02
		0,30 99,50
	MRC	4,55 94,08
Pireno	MRs	0,10 86,10
		0,20 93,66
		0,30 97,75
	MRC	4,38 97,86
Criseno	MRs	0,10 100,39
		0,20 97,76
		0,30 99,95
	MRC	4,25 86,28
Benzo(a)antraceno	MRs	0,10 102,01
		0,20 95,28
		0,30 94,74
	MRC	2,36 78,63
Benzo(b)fluoranteno	MRs	0,20 103,82
		0,40 97,58
		0,60 96,95
	MRC	2,39 83,73
Benzo(k)fluoranteno	MRs	0,10 101,39
		0,20 98,79
		0,30 95,18
	MRC	4,55 93,42
Benzo(a)pireno	MRs	0,10 101,38
		0,20 94,99
		0,30 96,25
	MRC	3,00 117,73

Continúa...

Compuesto	Concentración µg / L	% R	
Dibenzo(a,h)antraceno	0,20	103,62	
	MRs	0,40	101,84
	0,60	103,05	
	MRC	1,40	95,27
Indeno (1,2,3,c-d)pireno	0,10	98,20	
	MRs	0,20	96,24
	0,30	95,64	
	MRC	3,23	96,13
Benzo(g,i,h)perileno	0,20	91,51	
	MRs	0,40	96,28
	0,60	97,07	
	MRC	4,84	89,68

3.4.6 Intervalo de trabajo

En función de los resultados anteriormente expuestos, todos los parámetros calculados cumplen con los objetivos de validación propuestos, por tanto, el intervalo de trabajo de cada uno de los hidrocarburos aromáticos policíclicos se define igual al establecido ver Tabla 3.10

Tabla.3.10 Intervalos de trabajo de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos

Compuesto	Rango de trabajo µg/L
Naftaleno	0,5-3
Acenaftileno	1-6
Fluoreno	0,1-0,6
Acenafteno	0,5-3
Fenantreno	0,05-0,3
Antraceno	0,05-0,3
Fluoranteno	0,1-0,6
Pireno	0,05-0,3
Criseno	0,05-0,3
Benzo(a) antraceno	0,05-0,3
Benzo (b) fluoranteno	0,1-0,6
Benzo (k) fluoranteno	0,05-0,3
Benzo(a) pireno	0,05-0,3
Dibenzo(a,h)antraceno	0,1-0,6
Indeno (1,2,3,c-d) pireno	0,05-0,3
Benzo(g,i,h) perileno	0,1-0,6

3.4.7 Incertidumbre

Los valores de las incertidumbres obtenidas en los niveles bajo, medio y alto, tomando en cuenta las fuentes de incertidumbre encontradas, descritas en la Tabla 2.9.

Los resultados obtenidos de las incertidumbres en la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos se detallan en la Tabla 3.11 además se calculó el porcentaje de la incertidumbre del método en los tres niveles, obteniendo un porcentaje menor al 35 %, cumpliendo con el objetivo establecido.

Tabla.3.11 Resultados de las incertidumbres en la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos

Compuesto	Unidad	$U_{c.calibración}$ µg/L	U_{mrc} µg/L	$U_{volumen}$ µg/L	$U_{método}$ %
Naftaleno	Nivel bajo	2,505	0,000005	0,002	0,503
	Nivel medio	2,505	0,000005	0,008	0,251
	Nivel alto	2,505	0,000005	0,004	0,169
Acenaftileno	Nivel bajo	5,000	0,000005	0,016	0,502
	Nivel medio	5,000	0,000005	0,010	0,250
	Nivel alto	5,000	0,000005	0,011	0,167
Fluoreno	Nivel bajo	0,510	0,000025	0,002	0,512
	Nivel medio	0,510	0,000025	0,001	0,255
	Nivel alto	0,510	0,000025	0,002	0,171
Acenafteno	Nivel bajo	2,505	0,00003	0,009	0,505
	Nivel medio	2,505	0,00003	0,009	0,251
	Nivel alto	2,505	0,00003	0,014	0,168
Fenantreno	Nivel bajo	0,251	0,00001	0,004	0,504
	Nivel medio	0,251	0,00001	0,004	0,254
	Nivel alto	0,251	0,00001	0,010	0,168

Continúa...

Compuesto	Unidad	$U_{c.calibración}$ µg / L	U_{mrc} µg / L	$U_{volumen}$ µg / L	$U_{métod}$ %
Antraceno	Nivel bajo	0,251	0,0004	0,0008	0,503
	Nivel medio	0,251	0,0004	0,0005	0,251
	Nivel alto	0,251	0,0004	0,0007	0,168
Fluoranteno	Nivel bajo	0,510	0,00001	0,002	0,512
	Nivel medio	0,510	0,00001	0,003	0,255
	Nivel alto	0,510	0,00001	0,002	0,170
Pireno	Nivel bajo	0,251	0,00001	0,001	0,504
	Nivel medio	0,251	0,00001	0,002	0,253
	Nivel alto	0,251	0,00001	0,003	0,167
Criseno	Nivel bajo	0,251	0,00001	0,001	0,505
	Nivel medio	0,251	0,00001	0,001	0,252
	Nivel alto	0,251	0,00001	0,001	0,167
Benzo (a) antraceno	Nivel bajo	0,251	0,000006	0,001	0,506
	Nivel medio	0,251	0,000006	0,001	0,252
	Nivel alto	0,251	0,000006	0,002	0,168
Benzo (b) fluoranteno	Nivel bajo	0,510	0,000005	0,002	0,513
	Nivel medio	0,510	0,000005	0,001	0,256
	Nivel alto	0,510	0,000005	0,002	0,170
Benzo (k) fluoranteno	Nivel bajo	0,251	0,00001	0,0004	0,503
	Nivel medio	0,251	0,00001	0,0017	0,252
	Nivel alto	0,251	0,00001	0,0018	0,168
Benzo (a) pireno	Nivel bajo	0,251	0,000008	0,001	0,502
	Nivel medio	0,251	0,000008	0,002	0,251
	Nivel alto	0,251	0,000008	0,003	0,167
Dibenzo (a,h) antraceno	Nivel bajo	0,510	0,000005	0,001	0,517
	Nivel medio	0,510	0,000005	0,004	0,259
	Nivel alto	0,510	0,000005	0,003	0,170
Indeno (1,2,3,c-d) pireno	Nivel bajo	0,251	0,000008	0,001	0,504
	Nivel medio	0,251	0,000008	0,001	0,251
	Nivel alto	0,251	0,000008	0,003	0,167
Benzo (g,i,h) perileno	Nivel bajo	0,510	0,00001	0,002	0,513
	Nivel medio	0,510	0,00001	0,003	0,257
	Nivel alto	0,510	0,00001	0,005	0,171

En las Figuras 3.16 y 3.17 se exponen las fuentes de incertidumbre que contribuyeron en el método para la determinación de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, siendo la incertidumbre de la curva de calibración la más significativa en los tres niveles por cada analito.

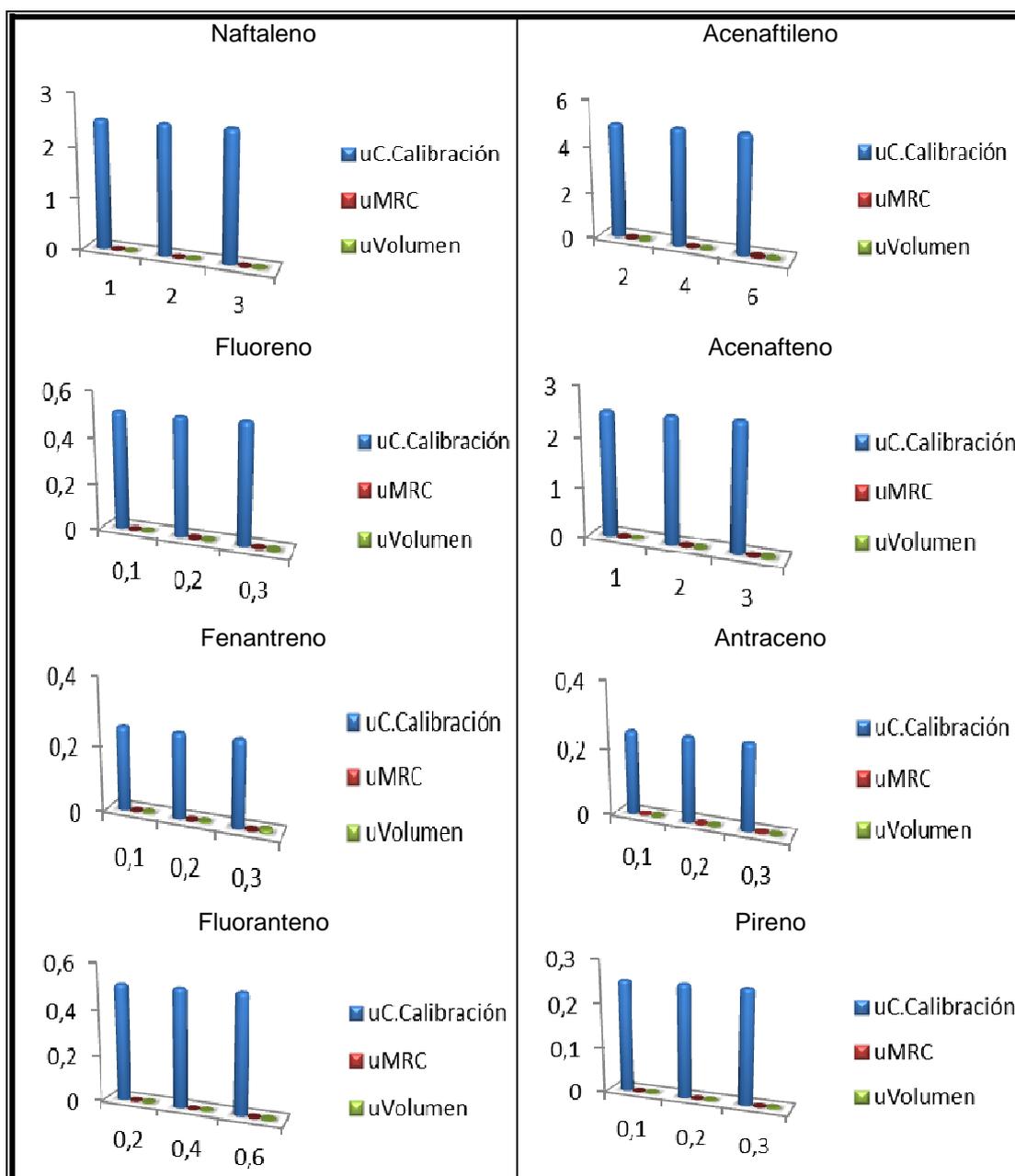


Figura 3.16 Fuentes de incertidumbre (concentración vs incertidumbre) delnaftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenantreno, antraceno fluoranteno, pireno,

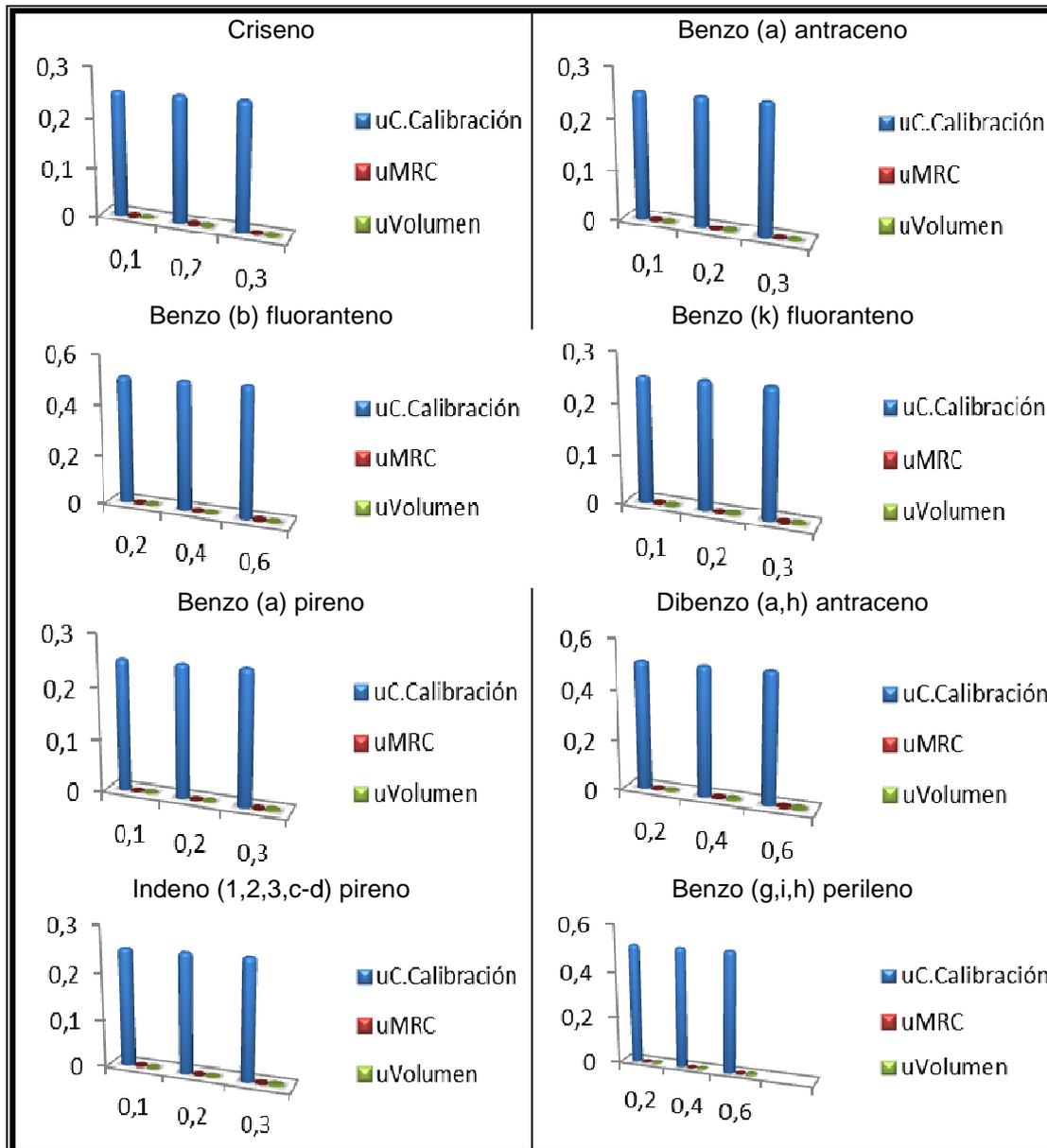


Figura 3.17 Fuentes de incertidumbre (concentración vs incertidumbre) del criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno, benzo (k) fluoranteno, benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, Indeno (1,2,3, c-d) pireno y benzo (g,i,h) perileno

3.4.8 Elaboración del informe y declaración del método validado

En el Anexo 13 se encuentra el resumen de los resultados obtenidos de la validación y su declaración de aceptación.

CAPÍTULO 4: DISCUSIÓN

4.1 Río Cuyabeno

4.1.1 *Parámetros físico-químicos*

Se realizó la discusión de los resultados de los parámetros físico-químicos analizados del río Cuyabeno, con la reglamentación nacional como la Constitución Ecuatoriana, capítulo segundo, Sección sexta Art. 411. y Art. 412 y con el Plan Nacional para el Buen Vivir, Capítulo sexto, Literal 6.10 , de las cuales mencionan, la conservación y recuperación de la calidad del agua de los recurso hídricos y una comparación parcial de estos parámetros con el Texto Unificado de Legislación Ambiental (TULSMA) libro VI, Anexo 1 ,Tabla 3, de los cuales se eligieron estos parámetros al considerar ser los principales para el objetivo de este estudio que son: oxígeno disuelto, potencial de hidrógeno, hidrocarburos aromáticos policíclicos y temperatura.

De igual forma se comparó con normas internacionales que regulan la calidad de agua independientemente del uso, entre estas reglamentación se encuentra la Ley General del Equilibrio Ecológico y la Protección al Ambiente, de Estados Unidos y México, Título cuarto, Capítulo 3, Art. 133, Las normas EPA (United States Environmental Protection Agency), La Ley de Agua Limpia protección (CWA),Sección 303 (b) 303 (d) y 305(b), Ley de Protección y Mejoramiento del Medio Ambiente, Decreto 68 – 86 de la Republica de la República de Guatemala, Título III, Capítulo II, Art. 15 , del PerúLey General del

Ambiente, Ley N° 28611 y el Decreto Legislativo N° 1013, Artículo 118 de la Constitución Política del Perú las mismas que indican el control, monitoreo y evaluación de la calidad de agua, mediante análisis de las características físico-químicas y biológicas, para detectar si existe o no contaminación y si es necesario aplicar las medidas pertinente. Estas comparaciones las realizamos debido que al ser el Río Cuyabeno un afluente importante, la posible contaminación de este podría contaminar los recursos hídricos de países que se encuentran en la Amazonía y que reciben influencia directa o indirecta de este recurso natural, un ejemplo de lo acotado fue el derrame de petróleo afectando al río Aguarico el 31 de mayo del 2013, cuya contaminación se extendió hasta Perú y Brasil.

En el presente estudio se determinó la calidad del agua puntual del río Cuyabeno (en los meses de agosto y octubre), ya que los parámetros que se evaluaron, son fundamentales en la determinación de la calidad del agua, no se realizaron más muestreos y análisis por un mayor tiempo y abarcando un área mayor debido al presupuesto y logística utilizada en la investigación, sin embargo cabe destacar que es un aporte importante para un estudio continuo que debería ser realizado en esta zona.

Según las normas de calidad ambiental y de descargas de efluentes: recursos agua (TULSMA) establece que la temperatura adecuado para preservar la flora y fauna en aguas dulces calientes debe ser máximo de 32 °C, los valores obtenidos en el río Cuyabeno se encuentran dentro de lo

establecido, ya que al ser un río de una zona cálida es adecuado para fines de preservación de la fauna del sector.

En cuanto al oxígeno disuelto presente en el agua del río los valores encontrados en los 5 puntos de toma de muestra tanto en el mes agosto como en el mes de octubre tienen una media de 6,39 y 6,37; por tanto se encuentran por una unidad sobre los mínimo requerido, según el TULSMA.

Los valores de la demanda bioquímica de oxígeno se compararon con la legislación peruana, ya que para la Tabla 3, Libro VI, Anexo 1 del TULSMA (Ecuador), no contempla este parámetro. Este sobrepasa, triplicando el límite permisible de 15 mg / L; esto es un indicativo de un posible aumento de materia orgánica y esto podría generar a futuro que los niveles de oxígeno disuelto disminuyan. Tomando en cuenta que el valor obtenido del pH del río es ligeramente ácido, ya que presenta valores entre 5,60 a 5,85 en todos los puntos de toma de muestra; al presentar valores menores a los límites permisibles (6,5 - 9) establecidos por el TULSMA, esto podría ser indicativo del aumento de ácidos orgánicos provenientes de la descomposición de la materia orgánica presente en el agua.

4.1.2 Índice de calidad del agua particular

Se resolvió determinar particularmente los índices, para una evaluación global del ICA, se valoró los resultados obtenidos de los diferentes puntos de toma de muestra, mediante los Índices de Calidad de Agua particulares (ICAS

particulares), para poder valorar numéricamente las condiciones ambientales específicas del río, están expresado en una escala de porcentaje desde 0 (pésimo) hasta 100 (óptimo) para determinar la calidad del parámetro establecido, también se determinó la calidad del agua del río Cuyabeno y de esta manera detectar si existe una posible contaminación y su grado.

El Índice de Calidad de Agua del oxígeno disuelto (I_{OD}) presenta valores de 90,77 en el mes de agosto y de 90,48 en octubre, este parámetro define en gran parte la biodiversidad y la supervivencia de la comunidad ecológica; según el ICA de la National Sanitation Foundation (NSF) el porcentaje ideal para animales acuáticos es mayor a 67, mientras que valores menores a 55, afectan adversamente la biodiversidad (Chapman 1996).

La conductividad eléctrica refleja la mineralización y la presencia de sales en el agua (Río & García, 2010), el Índice particular determinado (I_{CE}) dio valores de 95,22 y 91,79 respectivamente en los dos meses.

El I_{DBO_5} presenta valores de 9,70 en el mes de agosto y 9,73 en el mes de octubre, se determinó este parámetro debido a que es un indicador de la existencia de materia orgánica biodegradable, representando cuantitativamente la contaminación generada por materia orgánica (Davis & Cornwell, 1998).

El Índice particular de la alcalinidad muestra valores de 47,04 en el mes de agosto y 47,03 en el mes de octubre, este parámetro es un indicador de la cantidad de iones bicarbonato que existen en el recurso hídrico.

Los valores obtenidos del Índice de Calidad de Agua del pH son 58,69 y 58,33, este parámetro es considerado como un potencial indicador de la calidad del agua y del grado de afección del agua por agentes contaminantes.

El Índice de la Calidad del Agua global del río Cuyabeno, obtuvo valores de 57,03 en el mes de agosto y 56,42 en el mes de octubre, según SEMARNAP, 1999 los valores obtenidos se encuentran en el rango de poco contaminado generalmente en este tipo de aguas existe menor diversidad de organismos acuáticos y el crecimiento de algas aumentado.

4.2 Estandarización del método

En la presente investigación se estableció como estandarización a la optimización de las condiciones cromatográficas, los parámetros que se consideraron son:

- a) La columna ya que en su interior se localiza la fase estacionaria, su composición, no reacciona con ninguna fase, es donde se efectúa la separación de los analitos y también permite la aparición de estos, en diferentes tiempos de retención para así ser fácilmente identificados (Alfonso, 2008).
- b) Elución es el proceso por el cual todos los solutos migran por la columna, puede ser isocrática (los compuestos eluyen usando una fase móvil de composición constante), es simple y barata, o elución

por gradiente (los diferentes compuestos eluyen modificando gradualmente la composición de la fase móvil), reduce el tiempo de retención y puede llevarse a cabo de forma lineal o escalonada.

c) Presión debe lograr un flujo constante y reproducible.

Los resultados encontrados para las condiciones # 1 y # 2 muestran que tienen comportamientos ligeramente diferentes en términos de los criterios estadísticos; debido a que el coeficiente de correlación al cuadrado de las condiciones # 1 no cumple con lo estipulado en los objetivos de validación, de tal manera no posee una adecuada linealidad, consecuencia de esto su línea base no es óptima, también se evaluó la separación entre picos, pero no fue la más satisfactoria ya que el fluoreno y el acenaftileno, no se lograron separar correctamente

Las características de las condiciones # 1 son: columna C 16, elución gradiente y presión variable; ya que con estas condiciones no se pudo obtener los resultados esperados, se realizó la optimización con las siguientes características: columna C18, elución isocrática y presión constante (condición # 2).

Para las condiciones # 2 se obtuvo un coeficiente de correlación al cuadrado acorde a lo estipulado, una línea base adecuada y una correcta separación entre picos, razones por la cual, se decidió realizar este ensayo con

las condiciones del HPLC # 2, tal como fue especificado en el procedimiento del método.

4.3 Parámetros de validación

Se realizó un estudio de validación para la determinación cuantitativa de los hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detector ultravioleta y de fluorescencia, se pudo observar el desarrollo y el cumplimiento de cada uno de los parámetros establecidos.

Se desarrollaron los procedimientos estadísticos de los parámetros de validación: linealidad, límites de confianza, límite de detección, límite de cuantificación, precisión, exactitud, intervalo de trabajo e incertidumbre, evaluándoles a cada uno de estos con los respectivos criterios de aceptación, basándose en los objetivos planteados.

4.3.1 *Función de respuesta / linealidad*

La linealidad o función respuesta, corresponde a la proporcionalidad entre la concentración del analito y su respuesta(área). Se realizó la regresión lineal para obtener la ecuación de la recta, en cada día y de cada analito, de esta manera se estableció el comportamiento de la variable dependiente (área) con

respecto a la variable independiente (concentración), también se determinó la pendiente y el intercepto.

El coeficiente de correlación al cuadrado es considerado como un índice estadístico que mide la relación lineal entre las dos variables cuantitativas (Área y concentración), es decir que determina si existe o no, variabilidad entre las variables; si el R^2 es cercano a 1 posee una correlación positiva casi perfecta (no existe variabilidad significativa entre las variables), por ende existe una relación directa entre las variables, eso significa que son directamente proporcional, cuando la concentración aumenta el área también aumenta.

El coeficiente de correlación lineal (R^2) de cada analito, obtenido en cada día de análisis, se encuentra en el rango de 0,990 a 1,00, por lo tanto el R^2 encuentra dentro del objetivo establecido con respecto a la linealidad, ya que el valor establecido es de mayor o igual a 0,990. También se comprobó la linealidad de la función de respuesta del método, calculando el porcentaje de recuperación, de los estándares en los seis niveles de concentraciones de cada uno de los HAP'S.

Los valores obtenidos del porcentaje de recuperación del naftaleno se encuentran desde 85,21 hasta 105,84; del acenaftileno, se encuentra desde 93,70 hasta 102,21; del fluoreno se encuentra desde 94,35 hasta 102,30; del acenafteno se encuentra desde 90,45 hasta 103,60; del fenantreno se encuentra desde 99,26 hasta 100,76; del antraceno se encuentra desde 95,66 hasta 102,07; del fluoranteno se encuentra desde 96,73 hasta 102,17; del pireno se encuentra desde 96,53 hasta 102,63; del criseno se encuentra desde

96,212 hasta 103,63; del benzo (a) antraceno se encuentra desde 97,65 hasta 104,73; del benzo (b) fluoranteno se encuentra desde 95,80 hasta 102,63; delbenzo (k) fluoranteno se encuentra desde 98,73 hasta 101,59; del benzo (a) pireno se encuentra desde 96,79 hasta 101,32; del dibenzo(a,h)antraceno se encuentra desde 93,18 hasta 106,47; del indeno (1,2,3- c,d) pireno se encuentra desde 97,02 hasta 102,55 y delbenzo (g,i,h) perileno se encuentra desde 95,84 hasta 103,17; demostrando que el porcentaje de recuperación de cada analito, cumple con el objetivo de validación propuesto ya que todos los valores se encuentran dentro del rango de 70 a 120 %.

También se evaluó los porcentajes de los coeficientes de variación de la repetibilidad y la reproducibilidad de cada uno de los analitos, para determinar si existe similitud entre los datos en condiciones constantes o variadas, se obtuvo un porcentaje menor o igual al 5 %, cumpliendo con lo estipulado.

4.3.2 Límites de confianza

Los límites de confianza predicen la zona donde se espera encontrar el valor verdadero, con un 95% de probabilidad, por ello ha sido importante la determinación de los límites que presentó tanto la ordenada como la pendiente en el análisis de linealidad, de este modo se corroboró que los valores con los que se trabajaron en este estudio se encuentran dentro de estos límites.

4.3.3 Límite de detección y cuantificación

Se determinó el límite de detección (LD) y de cuantificación (LC) de cada analito, teniendo en cuenta que el LD es la cantidad mínima detectada, en cambio el LC es la cantidad mínima que puede ser determinada cuantitativamente y posee una precisión aceptable.

Los límites de detección y de cuantificación obtenidos se encuentran dentro de los rangos especificados en los objetivos de validación; con los resultados obtenidos se pudo determinar que el método es capaz de cuantificar en forma confiable cantidades mínimas : de naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenantreno, antraceno, fluoranteno, pireno, criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno, benzo (k) fluoranteno, benzo (a) pireno, dibenzo(a,h)antraceno, indeno (1,2,3- c,d) pireno y benzo (g,i,h) perileno en una muestra, siempre que tengan concentraciones igual o mayor a: 0,44 µg / L; 0,02 µg / L; 0,002µg / L; 0,31µg / L; 0,05µg / L; 0,01µg / L; 0,01µg / L; 0,07µg / L; 0,02µg / L; 0,04µg / L; 0,01µg / L; 0,04µg / L; 0,04µg / L; 0,03µg / L; 0,08µg / L y 0,25µg / L respectivamente.

4.3.4 Precisión

La precisión del método expresa el grado de concordancia que tienen los resultados entre sí, se evaluó mediante dos ensayos: la repetibilidad (precisión obtenida con las mismas condiciones de operatividad, mismo día y mismo analista) y reproducibilidad (precisión obtenida con diferentes condiciones de

operatividad, días distintos y analistas diferentes), tanto para el material de referencia enriquecido en los tres niveles de concentración (bajo, medio y alto) como para el material de referencia certificado.

Para el cálculo de los porcentajes de los coeficientes de variación se determinó las desviaciones estándares de repetibilidad y de reproducibilidad, las cuales presentaron valores pequeños, esto nos indica que los datos están agrupados muy cercanamente a la media.

Los porcentajes de los coeficientes de variación de repetibilidad y de reproducibilidad de los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, no presentan dispersión entre los datos, ya que los resultados obtenidos no sobrepasaron al 5 %, cumpliendo con los objetivos planteados, demostrando así que el método es preciso.

Tambiéne realizó una prueba de significancia, empleando el cálculo de F de Fisher, en la cual se planteó una hipótesis alternativa (H_1 = existe diferencia entre días y analista) y una hipótesis nula (H_0 = no existe diferencias entre días y analista), obteniendo como resultado que de la F_{Tab} es mayor que la F_{cal} en todos los analitos, rechazando la hipótesis alternativa, y afirmando que no existe diferencias significativas entre días y entre analistas es decir que los datos presentan similitud entre ellos.

4.3.5 Exactitud

La exactitud es la proximidad en la relación entre un resultado obtenido en el método y el valor de referencia aceptado, por lo cual se calculó el porcentaje de recuperación de tres concentraciones distintas (nivel bajo, medio y alto) del material enriquecido y de una concentración del material de referencia certificado para la verificación del método.

El porcentaje del naftaleno, acenaftileno, fluoreno, acenafteno, fenantreno, antraceno fluoranteno, pireno, criseno, benzo (a) antraceno, benzo (b) fluoranteno, benzo (k) fluoranteno, benzo (a) pireno, dibenzo (a,h) antraceno, indeno (1,2,3-c,d) pireno y benzo (g,i,h) perileno recuperado muestra que el método es exacto, es decir que los valores obtenidos en la determinación se encuentra próximos al valor verdadero; ya que los resultados se encuentran entre el rango establecido, ninguno es mayor a 120 o menor que 70 % en cada analito, cumpliendo así, con los objetivos de validación.

4.3.6 Incertidumbre

La incertidumbre de un método analítico expresa la dispersión de los valores que puede ser atribuido al mesurado, los valores obtenidos en los tres niveles de cada analito no superan el valor establecido en los objetivos de validación ($\leq 35\%$). Como se puede observar en la Tabla 3.11, el mayor valor de incertidumbre relativa obtenido, en los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, corresponde al nivel bajo

CAPÍTULO 5: CONCLUSIONES

- De acuerdo a los parámetros físico-químicos como temperatura, pH, conductividad, alcalinidad, oxígeno disuelto, DBO₅, y HAP'S, se podría concluir en términos generales para este estudio puntual que son aptos para el desarrollo de la fauna y flora.
- De acuerdo al índice de Calidad de Agua del río Cuyabeno 56.73 se puede concluir que es poco contaminado.
- Se Estandarizó el método EPA (Environmental Protection Agency) 550.1 para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detección ultravioleta y fluorescencia.
- Se estableció que las condiciones óptimas, son las condiciones cromatograficas # 2, ya que presenta las mejores características en los criterios valorados.
- Se Validó el método EPA 550.1 determinando y demostrando el cumplimiento de los siguientes parámetros: selectividad, sensibilidad, precisión (repetibilidad y reproducibilidad), estimación de la incertidumbre, límites de detección y cuantificación, intervalo de trabajo, linealidad y exactitud del método, según lo establecido por el EURACHEM.
- El método es lineal ya que presenta un coeficiente de correlación al cuadrado mayor o igual a 0,990 en los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, esto nos indica que posee una alta relación entre la concentración de los analitos y el área.

- El límite de detección para los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos se encuentran en el rango establecido de 0,001-0,13 $\mu\text{g} / \text{L}$ en aguas de consumo humano, demostrando que el método puede detectar cantidades pequeñas de estos compuestos.
- El límite de cuantificación para los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos se encuentran en el rango establecido, lo cual indica que el método puede cuantificar cantidades desde 0,002-0,44 $\mu\text{g} / \text{L}$ con exactitud y precisión.
- El método es exacto ya que el porcentaje de recuperación de los 16 HAP'S está entre 70 y 120%, ninguno es mayor a 120% o menor de 70% en cada una de las concentraciones.
- El método demostró ser preciso ya que se obtuvieron resultados del porcentaje de coeficiente de variación para la repetibilidad menor o igual 5 % y el coeficiente de variación para la reproducibilidad menor o igual al 5 % en cada analito, cumpliendo con lo establecido.
- La incertidumbre expandida (U) para un $K = 2$ correspondiente al 95 % de confianza en los 16 hidrocarburos aromáticos policíclicos, presenta valores menores al 35 %, cumpliendo con lo estipulado.
- Se estableció reportes de validación del método EPA 550.1 para la determinación de hidrocarburos aromáticos policíclicos en aguas de consumo humano, por extracción líquido-sólido y HPLC con detección ultravioleta y fluorescencia.
- No se encontró concentración de los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP'S) en el río Cuyabeno, lo que nos indica que no existe contaminación por estos compuestos.

CAPÍTULO 6: RECOMENDACIONES

- Realizar monitoreo semestrales al río Cuyabeno, para obtener una tendencia de la calidad del agua, y así con esta información determinar la afección provocada por los diferentes factores contaminantes presentes en la zona en las distintas épocas del año.
- Se recomienda realizar un estudio microbiológico para complementar con los análisis físico-químicos y de esta manera poder determinar si existe contaminación por factores antropogénicos.
- Ejecutar una evaluación global al río Cuyabeno para la determinación del Índice de calidad del agua general, ya que en este estudio se realizó una evaluación puntual.
- Seguir todas las instrucciones de los protocolos analíticos y las normas de seguridad del laboratorio, para evitar resultados erróneos por falta de cuidado en la manipulación de los elementos de ensayo y en los equipos.
- Es recomendable filtrar la fase móvil antes de colocarle en el cromatógrafo para evitar interferencias durante la separación de los analitos.

CAPÍTULO 7: BIBLIOGRAFÍA

Alianza por el agua. (2008). *Manual de depuración de aguas residuales urbanas*. Obtenido de <http://alianzaporelagua.org/documentos/MONOGRAFICO3.pdf>

Eurachem. (2005). *Métodos Analíticos Adecuados a su Propósito, Guía de Laboratorio para la Validación de Métodos y Temas Relacionados*. Los Cués: LGC (Teddington) Ltd,.

Las comunidades amazónicas de Perú afectadas por derrame de petróleo de Ecuador (2013, Junio 05). *El Comercio* http://www.elcomercio.com.ec/negocios/amazonia-Peru-contaminacion-petroleo-Ecuador_0_932306926.html.

Aburrá, R. (2007). *Evaluación y control de los impactos generados por sustancias y residuos no convencionales/ Salud Ambiental*. Argentina: Editorial Brujas .

ACUMAR. (2010). *Relevamientos de medición de parámetros físicos-químicos del agua del Río Matanza – Riachuelo para estimar la incidencia de los eventos climáticos de sudestadas*. Buenos Aires: Autoridad de Cuenca Matanza Riachuelo .

AEFI, Asociación Española de Farmacéuticos de la Industria. (2001). *Validación de Métodos Analíticos Monografía*. Comisión de normas de buena fabricación y control de calidad.

Agencia para Sustancias Tóxicas y Registro de Enfermedades (ATSDR). (1995). Resumen de salud pública hidrocarburos aromáticos policíclicos (Hap). *Departamento de salud y servicios humanos de los EE.UU., servicio de salud pública*.

Agudelo, E. A. (2010). Un método de gestión ambiental adecuado para el tratamiento y la disposición final de un residuo peligroso caso: tierra fuller contaminada con aceite dieléctrico. *Proyecto de Titulación previo a la obtención del Título de Master en en Medio Ambiente y Desarrollo, Universidad nacional de Colombia*. Medellín, Colombia, 17.

Agudo, A. (2009). Los hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP) acercamiento a su problemática como riesgo laboral. *UGT Comisión Ejecutiva Confederal*, 1-127.

Alfonso, M. M. (2008). Desarrollo de métodos para el aislamiento y la detección de toxinas marinas en productos de la pesca y la acuicultura. *Proyecto de titulación previa a la obtención del título de Doctor en la facultad de Veterinaria y departamento de farmacología, Univercidad de Santiago de Compostela, España*, 45.

Albers, P. (1995). Handbook of Ecotoxicology. *Lewis Publishers, Boca Raton*, 330-355.

Anaya, A. L., Espinosa García, F., & Cruz Ortega, R. (2001). *Relaciones químicas entre organismo: aspectos básicos y perspectivas de su aplicación*. México: Plaza y Valdés.

Barona, R. W. (2009). Diseño de una planta para la producción de agua apta para el consumo humano en la planta de producción de familia Sancela S.A. *Proyecto de titulación previa a la obtención del título de Ingeniero Químico, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Riobamba, Ecuador*.

Barquero, Q. ,. (2004). *Mecanismos y aplicaciones de la cromatografía líquida de alto desempeño* (Primera ed.). San José: Editorial de la Universidad de Costa Rica .

Belart, C. (2008). *Biología y Geología* (Cuarta ed.). Madrid: EDITEX.

Berg, J. M., Stryer, L., & Tymoczko, J. L. (2007). *Bioquímica* (Sexta ed.). Barcelona : REVERTÉ S.A.

Bergara, J., Millain, R. A., Painemilla, V., Reinao, P. R., Rojas, H. L., Prieto, A. B., & Bertossi, M. A. (2007). Efectos del cambio climático en la calidad del agua del río Chimehuín. Junín de los Andes, Patagonia, Argentina. *Fundación Cruzada Patogónica*.

Borabe, L., Sericano, J., & Murillo, G. (2006). Biomonitorio de Hidrocarburos Aromáticos Polinucleares en el sistema estuarinor-lagunar del Río Pánuco, Mexico. *Centro de investigación en ciencia aplicada y tecnología avanzada unidad Altamira*, 1-8.

Brady, N., & Weil, R. (1996). Soils and chemical pollution. En *The Nature and Properties of Soils*. (pág. Chapter 18). Prentiss Hall Intl.

Cabal, Á. M. (2009). Depuración de efluentes contaminados por hidrocarburos aromáticos policíclicos mediante carbones activados: evaluación del proceso de adsorción. *proyecto de titulación previa a la obtención del Título de Doctora en Materiales e Ingeniería Metalúrgica, Universidad de Oviedo, España*, 7.

Cabello, C. B., & Hervás, R. E. (2001). *Contaminación de las aguas por nitratos y efectos sobre la salud*. Consejería de Salud.

Ching, Y.-P., Aiken, G., & KM, D. (1997). Binding of pyrene to aquatic and commercial humic substances: The role of molecular weight and aromaticity. *Environ Sci Technol*, 31, 1630-1635.

Christie, W. W. (1992). Detectors for HPLC of lipids with special reference to evaporative light-scattering detection. *W.W. Christie, in Advances in Lipid Methodology*, 239-271.

Cisterna, O. P., & Peña, D. (S.F). *Determinación de Determinación de la relación DQO/DBO5 en aguas residuales de comunas con*

población menor a 25.000 habitantes en la VIII región. Recuperado el 22 de 05 de 2013, de <http://www.cepis.org.pe/bvsaidis/chile/3/tra-12.pdf>

Davis, M., & Cornwell, D. (1998). Series in Water Resources and Environmental Engineering. En M. Hill, Introduction to environmental engineering (pág. 224). ISBN.

Doria, C., Daza, A., Deluque, H., López, Á., & Serna, J. (2008). *Caracterización fisicoquímica y microbiológica de las aguas de reservorios en los resguardos indígenas localizados en la zona de influencia del Complejo Carbonífero Cerrejón, La Guajira-Colombia.* Recuperado el 22 de 05 de 2013, de <http://www.fundacionescerrejon.org/formas/2326/PonenciaUniguajiraJagueyes.pdf>

EPA (U.S. Environmental Protection Agency). (1993). *Wellhead protection: a guide for small communities. Office of research and development office of water. Washington DC.*

Escobar, J. (2002). *La Contaminación de los ríos y sus efectos en las áreas costeras y en el mar .* Santiago de Chile : CEPAL ECLAC.

Esquivel, S. E., & Leal, G. L. (Junio de 2004). *Métodos fisicoquímicos en Biotecnología, Cromatografía de fase reversa .* Recuperado el 11 de Junio de 2013, de

http://www.ibt.unam.mx/computo/pdfs/met/cromatografia_de_fase_reversa.pdf

Fajardo, P., & Heredia, M. G. (2009). *El Caso Texaco: un trabajo por la restitución de derechos colectivos y de la naturaleza*. Quito : ABYAYAL.

Fernández, S. L. (2012). Biorremediación de suelos contaminados por hidrocarburos pesados y caracterización de comunidades microbianas implicadas. *Proyecto de titulación previa a la obtención del Título de Doctorado en Microbiología Ambiental y Biotecnología, Universitat de Barcelona, España, 25-27.*

FLACSO, Petroecuador . (2003). *Petróleo y desarrollo sostenible en Ecuador. "Las reglas de juego"* . Quito, Ecuador : RISPERGRAF.

Freifelder, D. (2003). *Serie de biología fundamental. Técnicas de bioquímicas y biología molecular.* . España : REVERTÉ S.A.

Fuentes, A. X., Castiñeiras, L. M., & Queraltó, c. J. (1998). *Bioquímica clínica y patología molecular.* (Segunda ed., Vol. I). Barcelona: REVERTÉ S.A.

Garavito, M. J. (2006). Determinación de la concentración de hidrocarburos aromáticos policíclicos presentes en el material particulado emitido por fuentes móviles en la localidad de Puente Aranda de la ciudad de Bogotá. *Proyecto de titulación previa a la obtención del*

Título de Ingeniero Ambiental y Sanitario, Universidad de la Salle.
Bogotá, Colombia.

González, A. S., Hernández, E. J., Valcárcel, R. Y., Hernández-Barrera, V., & Gil de Miguel, A. (2010). Contaminación del agua en fuentes cercanas a campos petrolíferos de Bolivia. *Rev Panam Salud*, 28(4), 235–243.

Harris, C. D. (2007). *Análisis químico cuantitativo*. Barcelona: Reverté, S.A.

Harris, D. C. (2003). *Análisis químico cuantitativo* (Sexta ed.). New York: REVERTÉ S.A.

Hernández, P. J. (2005). Cromatografía líquida de alta eficacia. *Educación continuada en el laboratorio clínico*(8), 49-62.

Herrera, A. F. (2005). *Oceanografía de la ensenada de Gaira-El Rodadero, más que un centro turístico en el Caribe Colombiano*. Bogotá: Fundación Universidad de Bogotá Jorge Tadeo Lozano.

Hudson, N. (1997). *Medición sobre el terreno de la erosión del suelo y de la escorrentía*. Recuperado el 22 de 05 de 2013, de Roma, Departamento de Agricultura y protección del consumidor/ Organización de las Naciones para la Agricultura y la Ganadería. Boletín de Suelos de la FAO-68, Capítulo 4 : <http://www.fao.org/docrep/T0848S/t0848s06.htm>

ICH (Harmonised Tripartite Guideline). (Noviembre de 2005). *International conference on harmonisation of technical requirements for registration of pharmaceuticals for human use. Obtenido de Validation of analytical procedures: text and methodology:* http://www.ich.org/fileadmin/Public_Web_Site/ICH_Products/Guidelines/Quality/Q2_R1/Step4/Q2_R1_Guideline.pdf

Jiménez, A. A., & Barba, Á. A. (2000). Determinación de los parámetros fisico-químicos de calidad de las aguas. *Gestión Ambiental*, 2(23), 12-19.

Johll, M. E. (2008). *Química e investigación criminal: Una perspectiva de la ciencia forense*. New York: REVERTÉ.

Katz, E. (1998). *Cromatographic Science*. New York: Marcel Dekker Inc.

Lipscomb, T. P., Harris, R. K., Reba, A. H., Ballachey, B. E., & . Haebler, R. J. (1996, June). Pathological Studies of Sea Otters. Marine Mammal Study 6-1 1. Final Report. *Exxon Valdez Oil Spill*, 1-17.

López, S., Nevels, D., & Kadin, T. (2011). *Análisis de calidad de agua en las micro-cuencas de los ríos Pacayacu y Sacha en la Amazonía Ecuatoriana*. Francisco de Orellana y Sucumbíos: Universidad de Washington Bothell.

Mamani, V. E. (Abril de 2012). Propuesta de estándares nacionales de calidad ambiental para agua subterránea . *Ministerio del ambiente, Viceministerio de gestión ambiental, Dirección general de calidad ambiental* . Lima, Perú.

Mastandrea, C., Chichizola, C., Ludueña, B., Sánchez, H., Álvarez, H., & Gutiérrez, A. (2005). Hidrocarburos aromáticos policíclicos. Riesgos para la salud y marcadores biológicos. *Acta Bioquím Clín Latinoam*, 39(1), 27-36.

Ministerio de Medio Ambiente del Ecuador. (2012). *Obtenido de Ministerio de Medio Ambiente del Ecuador: <http://www.ambiente.gob.ec>*

Ministerio Del Medio Ambiente. (1998). *Indicadores Ambientales* . Madrid , España .

Morante, Z., Sierra, A., & Del Hierro, M. I. (2007). *Desarrollo de métodos analíticos para la separación quiral y su aplicación al estudio de procesos de síntesis asimétrica*. Madrid: Dykinson.

Muñoz, F., Barriga, R., Cabrera, M., Vera, E., & López, C. (2010). Identificación de hidrocarburos aromáticos policíclicos (HAP'S) en peces y sedimentos en la zona de Shushufindi, Sucumbios, Ecuador (primera parte). *Revista Politécnica*, 29(1), 143-149.

Nisbet, D. L. (1992). Toxic equivalence factors (TEFs) for polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs). *Regul Toxicol Pharmacol*(16), 290-300.

Norma Internacional (NTE INEN-ISO/IEC 17025). (2005). *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. ISO/CASCO.

OAA. Organismo Argentino para la Acreditacion. (2003). *Guía para validación de métodos de ensayo*.

Pérez, C. B., Laffon, L., & Felpeto, M. (2007). Biomonitorización de la exposición ocupacional a hidrocarburos. Un test revelador. *Departamento de Biología celular y molecular, área de Genética, Facultad de ciencias, Universida da Coruña*, 18-26.

Remington, G. A. (2003). *Remington: Farmacia*. Buenos Aire: panamericana.

Rodrigues, R., & Stachetti, G. (2007). *Manual de evaluación de impacto ambiental de actividades rurales*. Montevideo : IICA.

Rodríguez, C. A. (2009). *Los convenios de la OIT sobre seguridad y salud en el trabajo: una oportunidad para mejoorar las condiciones y el medio ambiente de trabajo* . Turín: Copyright .

San Sebastián, M., Armstrong, B., & Stephens, C. (2001). La salud de mujeres que viven cerca de pozos y estaciones de petróleo en la Amazonía ecuatoriana. *Rev Panam Salud Publica/Pan Am J Public Health*, 9(6), 375-384.

SEMARNAP. (1999). *Compendio básico del agua en México*. México: CNA.

Semarnat. (10 de 2010). *Compendio de Estadística Ambiental*. Recuperado el 22 de 05 de 2013, de Dirección General de Estadística e Información Ambiental, Comisión Nacional del Agua, Gerencia de Saneamiento y Calidad del Agua: http://aplicaciones.semarnat.gob.mx/estadisticas/compendio2010/10.100.13.5_8080/ibi_apps/WFServlet28b9.html

Sharapin, N. (2000). *Fundamentos de tecnología de productos fitoterapéuticos* (primera ed.). Santafé de Bogotá, Colombia: SECAB.

Skoog, D. A., & Leary, J. J. (1994). *Análisis Instrumental*. Madrid: McGraw-Hill.

Skoog, D. A., Holler, J. F., & Nieman, T. A. (2001). *Principios de Análisis Instrumental* (Quinta ed.). Madrid: Mc Graw Hill.

Skoog, West, & holler. (2001). *Fundamentos de química analítica* (Cuarta ed.). Barcelona: REVERTÉ S.A.

Torres, D. K., & Zuluaga, M. T. (2009). Biorremediación de suelos contaminados por hidrocarburos. *Proyecto de titulación previo a la obtención del Título de Ingeniería Química, Universidad Nacional de Colombia, Facultad de Minas, Ingeniería Química*.

Valarezo, B., & Fernanda, M. (2009). Implementación de un sistema de validación de métodos físicos-químicos para análisis de: alcalinidad total, conductividad, DBO5 y sólidos totales disueltos en muestras de agua. *Proyecto previo a la obtención del título de Ingeniería Química, Escuela Politécnica Nacional, Quito Ecuador.*

Valencia, D. J. (2007). Estudios estadísticos de la calidad de las aguas en la cuenca hidrográfica del río Ebro. *Proyecto de titulación previo a la obtención del Título de Doctorado, Universidad Politécnica de Madrid E.T.S. de Ingenieros Agrónomos.*

Vera Ávila, L. E., Cázares Ibáñez, E. A., Covarrubias Herrera, R., & Camacho Frías, E. (2002). Metodología en línea para la determinación de hidrocarburos aromáticos polinucleares en agua al nivel de ultratrazas. *Revista internacional de contaminación ambiental, 18(1), 5-16.*

Yungán, Z. J. (2010). Estudio de la calidad del agua en los afluentes de la microcuenca del río Blanco para determinar las causas de la degradación y alternativa de manejo. *Proyecto de Titulación previo a la obtención del título de Ingeniería Agronómica, Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, 8,9.*

ANEXOS

Anexo 1: DATOS METEOROLÓGICOS

Se define a la precipitación como toda forma de agua meteorológica caídas directamente sobre la superficie terrestre, puede encontrarse en estado líquido o sólido (lluvia, nieve granizo) (Cuadrat, 2000). En la Tabla A 1.1 se presenta los valores de la precipitación media mensual, que fueron registrados en la estación Lumbaqui, durante el periodo 2006-2009.

Se puede observar dos periodos de mayor precipitación, de abril a mayo y de noviembre a diciembre. El mes que presenta mayor precipitación es mayo con 572,6mm; se destaca la no existencia de meses secos sin embargo los meses que registran menor precipitación son febrero, agosto y septiembre.

También se presenta los valores analizados de la temperatura media mensual, el análisis de este parámetro es el más importante en la caracterización climática, ya que es el grado de calor específico del aire en un momento determinado, se puede observar que el valor más bajo esta localizado en el mes de junio con un valor de 22,9°C, en cambio el mes que presenta la temperatura más alta es Octubre con 24,4 °C

Tabla A 7.1 Valores promedios mensuales de la precipitación media (mm) y temperatura media (°C) de la estación Lumbaqui, periodo (2006-2009)

Promedio (2006-2009)		
Meses	Precipitación	Temperatura
Enero	429,5	23,5
Febrero	324,6	23,8
Marzo	428,8	23,3
Abril	510,0	23,8
Mayo	572,6	23,2
Junio	419,0	22,9
Julio	444,0	23,0
Agosto	341,1	23,7
Septiembre	395,4	23,6
Octubre	463,2	24,4
Noviembre	525,6	24,2
Diciembre	535,2	23,9

Se realizó un diagrama ombrotérmico, en el que se representa la gráfica de los valores mensuales de la temperatura media y precipitación media, de la estación Lumbaqui, en el periodo 2006-2009 (Figura A 1.1), permitiendo la identificación de los meses de agosto y octubre, en los cuales se realizó la toma de muestra, según el diagrama esta toma de muestra se realizó en un periodo de baja precipitación y alta temperatura en los dos meses.

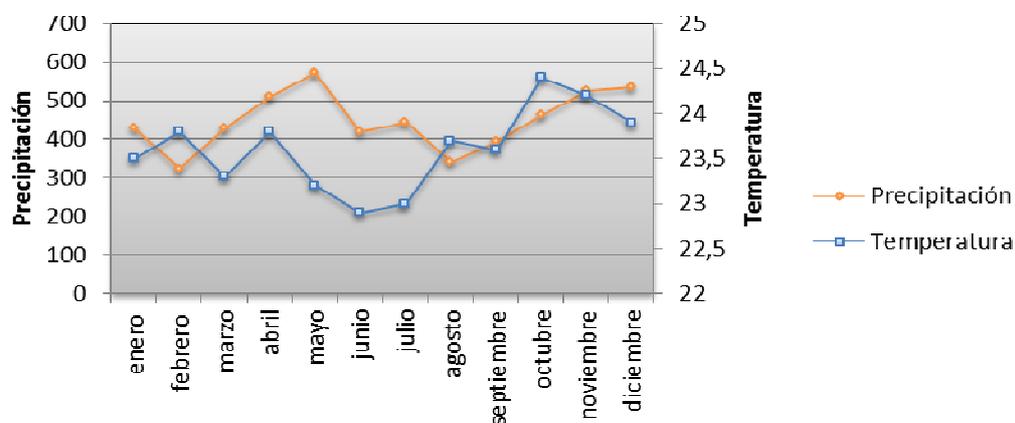


Figura A 7.1 Diagrama ombrotérmico, periodo (2006-2009), estación meteorológica Lumbaqui

La humedad relativa es una medida del contenido de vapor de agua en el aire, sirve como un indicador de la evaporación, transpiración y probabilidad de lluvia. La humedad relativa es inversamente proporcional a la temperatura, es decir cuando se incrementa la temperatura, la presión de saturación de igual forma se incrementa con lo que la humedad relativa disminuye.

En la Tabla A 1.2 se observa, una ligera variación en los datos obtenidos en el periodo 2006 al 2009, siendo la humedad relativa media mensual más alta en el mes de mayo alcanzando el 90 %, en cambio en el mes de octubre se presenta la humedad más baja con un 86 %

Tabla A 7.2 Valores promedios mensuales de la humedad relativa de la estación Lumbaqui, periodo (2006-2009)

Promedio (2006-2009)	
Meses	Promedio
Enero	89,3
Febrero	88,0
Marzo	89,5
Abril	88,8
Mayo	90,0
Junio	89,8
Julio	89,0
Agosto	86,8
Septiembre	86,5
Octubre	86,0
Noviembre	86,8
Diciembre	87,8

Como era de esperarse en el diagrama se muestra que en los meses de agosto y octubre, presenta una humedad relativa baja con un valor del 86,8 % y de 86,0 % respectivamente, esto se debe a que la temperatura en este mes es mayor, causando que el aire posea menor cantidad de vapor de agua

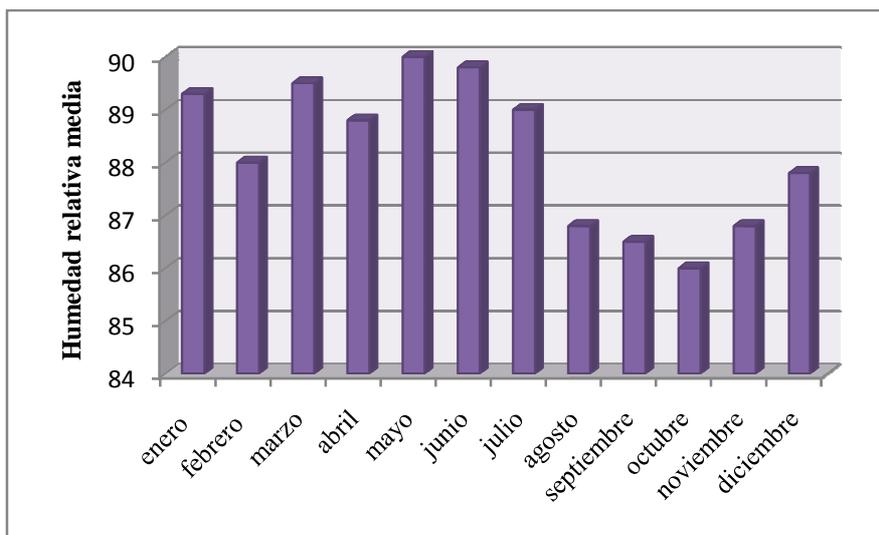


Figura A 7.2 Diagrama de la humedad relativa media mensual de la estación meteorológica Lumbaqui período (2006-2009).

Anexo 2:HOJA DE CAMPO

Hoja de Campo			
	Punto de muestreo:		
	Código de muestra:		
	Matriz:		
	Muestreador:		
	Fecha:	Hora Inicio	
	Hora Fin		
Condiciones Climáticas y Observaciones de Campo			
Temperatura Ambiental (°C):	Cielo: Soleado	Lluvia: Si	
Apariencia del agua:	Nublado	No	
Otros:	Datos del caudal:		
Parámetros de Campo			
Longitud del Tramo:	Anchura:		
Temperatura del agua (°C):	pH:	OD(mg O ₂ /l):	
Conductividad (mS/cm)	TDS:	Otros:	
Especificaciones de la muestra:			
Grupo de Ensayos	Material del frasco	Capacidad del frasco (ml)	Preservación
Observaciones Generales			
Responsable:			
Nombre			
Firma			

Anexo 4: INFORME DE CALIBRACIÓN DE MICROPIPETAS

CENTRO DE SOLUCIONES ANALITICAS CENTROCESAL Cia. Ltda. Informe de Calibración

1. Fecha de calibración: 19 de Junio 2013.
2. Objeto de calibración: Micropipetas
3. Método de Incertidumbre : Descrito en la guía de estimación de la incertidumbre del Centro Nacional de Metrología (CENAM)
4. Método de calibración: Descrito en el procedimiento de calibración de micropipetas POE No.5.4.3
5. Referencias: Los valores de tolerancia están descritos en los manuales de cada una de las micropipetas

1. Identificación de las micropipetas a calibrar

Micropipetas	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Marca:	Finnpipette	Celsis	BioPette	DRAGONmed	Transferpette	Finnpipette	Finnpipette	Transferpette
Modelo o tipo:	5.808E+09	CR33539	144061774	DR64719	10V0627	H18420	J29309	02Y6670
Capacidad:	10-100 uL	5-50 uL	100-1000 uL	1000 uL	100-1000 uL	1-5 mL	2-10 mL	0,5-5 mL
Incertidumbre K =2 (uL)	0.24	0.30	0.94	n/A	0.56	1.15	6.54	1.37
	0.43	0.42	3.32	n/A	1.47	3.80	32.64	10.27

Micropipetas	No. 9	No. 10	No. 11	No. 12	No. 13	No. 14	No. 15	No. 16
Marca:	Boecco	CE	Dropek	DRAGONmed	DRAGONmed	BioPette	BioPette	Transferpette
Modelo o tipo:	s/n	s/n	DR56066	DR64710	DR64709	44030814	44090018	09R1838
Capacidad:	5-50 uL	500 uL	1000 uL	1000 uL	1000 uL	2-20 uL	1-10 mL	100-1000 uL
Incertidumbre K =2 (uL)	0.16					0.24	2.90	1.12
	0.52	1.71	1.75	10.27	3.66	0.36	13.89	6.32

*La calibración se realizó a temperatura de 20°C.

Realizado por:

Andree Cumbal

Revisado: Director Técnico

[Firma] 19 junio 2013

Anexo 5: INFORME DE CALIBRACIÓN DE LOS MATERIALES VOLUMÉTRICOS

CENTRO DE SOLUCIONES ANALITICAS CENTROCESAL Cia. Ltda. Informe de Calibración

- a. Fecha de calibración: 19 de Junio 2013
 b. Objeto de calibración: matraces volumétricos
 c. Método de calibración utilizado: Descrito en el POE No 5.4.2 de Calibración de Pipetas volumétricas
 d. Método de incertidumbre utilizado: Descrito en la guía de incertidumbre del Centro Nacional de Metrología (CENAM)
 e. Referencias: Los valores de tolerancia están descritos en los certificados de calidad de los matraces volumétricos

1. Identificación de las Matraces volumétricos a verificar

Balones	No. 1	No. 2	No. 3	No. 4	No. 5	No. 6	No. 7	No. 8
Marca:	Glassco	Blau Brand	GERMANY	IVA	Glassco	Glassco	Glassco	Silver Brand
Modelo o tipo:	NS 14/23	NS 12/21	NS 12/21	A-IN	NS 12/21	NS 10/19	NS 10/19	NS 10/19
Error	0.1	0.06	0.01	0.06	0.06	0.04	0.02	0.05
Incertidumbre (K=2)	0.001	0.082	0.004	0.019	0.008	0.007	0.017	0.002
Capacidad:	100 mL	100 mL	100 mL	50 mL	50 mL	25 mL	10 mL	10 mL

Balones	No. 9	No. 10	No. 11	No. 12	No. 13	No. 14	No. 15
Marca:	LMS GERMANY	Blau Brand	Silver Brand	Glassco	Glassco	Blau Brand	Glassco
Modelo o tipo:	NS 14/23	NS19/26	NS 14/21	NS 10/19	NS 10/19	NS 19/26	NS 24/29
Error	0.01	0.05	0.16	0.02	0.04	0.15	0.35
Incertidumbre (K=2)	0.004	0.018	0.009	0.002	0.001	0.001	0.037
Capacidad:	250 mL	500 mL	250 mL	5 mL	5 mL	500 mL	1000 mL

Realizado por:

Andrés Cumbal

Revisado por: Director Técnico

[Firma]
19 Junio 2013

Anexo 6: CERTIFICADO DEL CONTROL DE CALIDAD DE LA MUESTRA O (MRC)

Certificate of Analysis

NSI Solutions, Inc. • 7212 ACC Blvd. • Raleigh, NC 27617 • 1-800-234-7837

PAHs QC Sample

Catalog Number: QCO-135
 Lot Number: N0112
 Manufacture Date: 11/17/11
 Certified Date: 12/02/11

Expiration: 11/30/2013
 Matrix: Acetonitrile
 Hazards: Flammable, Irritant

Analyte	Study	Certified	Acceptance
	Mean (ug/L)	Concentration (ug/L)	Limits (ug/L)
2-Methylnaphthalene	0.00	0.00	0.00 - 0.00
Acenaphthene	8.90	12.3+/-0.06	4.11 - 14.8
Acenaphthylene	2.29	2.74+/-0.01	1.06 - 3.33
Anthracene	2.63	3.15+/-0.02	0.934 - 4.25
Benzo(a)anthracene	1.97	2.36+/-0.012	1.53 - 2.68
Benzo(a)pyrene	2.50	3.00 +/- 0.015	1.28 - 3.53
Benzo(b)fluoranthene	2.03	2.39+/- 0.010	1.14 - 2.90
Benzo(g,h,i)perylene	3.30	4.84 +/-0.02	1.38 - 6.20
Benzo(k)fluoranthene	3.85	4.55+/-0.023	2.33 - 5.79
Chrysene	3.51	4.25+/-0.02	2.39 - 5.20
Dibenzo(a,h)anthracene	1.09	1.4+/-0.01	0.438 - 1.91
Fluoranthene	3.58	4.25+/-0.02	2.27 - 5.06
Fluorene	6.82	9.79+/-0.05	4.17 - 11.3
Indeno(1,2,3-c,d)pyrene	2.70	3.23+/-0.016	1.36 - 4.08
Naphthalene	1.61	2.01+/-0.01	0.565 - 2.55
Phenanthrene	3.17	4.01+/-0.02	2.01 - 4.72
Pyrene	3.68	4.38+/-0.02	2.38 - 5.13

This quality control sample was manufactured by NSI Solutions following quality procedures meeting the requirements of ISO 9001, ISO 17025, and ISO 34. Acceptance limits are set at current NELAC standards. The study mean is set at the mean of an interlaboratory proficiency testing study with outlier rejection. This sample is intended to be used to validate analytical methods, for detection limit studies, and analyst proficiency testing.

Storage & Instructions For Use

Store this sample at 2-8°C.

Fill a 1000 mL Class A volumetric flask with 950 mL of reagent water.

Allow the ampule concentrate to equilibrate to room temperature.

Open the ampule and pipet exactly 1.0 mL into the flask with a Class A pipet.

Bring to volume with reagent water and mix well.

Since you will be extracting the entire volume, excessive mixing is unnecessary.

This represents the sample for analysis.



ISO 9001:2008 UL Registered Firm - Certificate # 10002343 QM08

Page 1 of 2



Anexo 7: CERTIFICADO DEL ESTÁNDAR MIXER

Certificate of Analysis

NSI Solutions, Inc. • 7212 ACC Blvd. • Raleigh, NC 27617 • 1-800-234-7837

Polynuclear Aromatics

Catalog Number: C-436

Lot Number: -07

Manufacture Date: 02/01/08

Expiration: 02/28/2016

Solvent: Methylene chloride/Methanol (1:1)

Hazards: Flammable, Irritant
Carcinogen

Analyte Number	Analyte	CAS	Analyte Purity	Gravimetric Concentration (ug/mL)
W-0001	Acenaphthene	83-32-9	99.30%	1001 +/- 5.01
W-0075	Acenaphthylene	208-96-8	99.20%	2001 +/- 10.0
W-0076	Anthracene	120-12-7	99.50%	100 +/- 0.501
W-0070	Benzo(a)anthracene	56-55-3	99.60%	100 +/- 0.501
W-0071	Benzo(a)pyrene	50-32-8	98.90%	100 +/- 0.501
W-0072	Benzo(b)fluoranthene	205-99-2	99.40%	200 +/- 1.02
W-0077	Benzo(g,h,i)perylene	191-24-2	99.90%	200 +/- 1.02
W-0073	Benzo(k)fluoranthene	207-08-9	99.80%	100 +/- 0.501
W-0074	Chrysene	218-01-9	99.70%	100 +/- 0.501
W-0231	Dibenz(a,h)anthracene	53-70-3	99.30%	200 +/- 1.02
W-0037	Fluoranthene	206-44-0	99.90%	200 +/- 1.02
W-0078	Fluorene	86-73-7	99.00%	200 +/- 1.02
W-0081	Indeno(1,2,3-c,d)pyrene	193-39-5	99.90%	100 +/- 0.501
W-0053	Naphthalene	91-20-3	99.90%	1001 +/- 5.01
W-0079	Phenanthrene	85-01-8	99.00%	100 +/- 0.501
W-0082	Pyrene	129-00-0	98.80%	100 +/- 0.501

Packaging, Storage, Instructions For Use

This standard is packaged in a 2 mL flame-sealed ampule and **must be stored at 2-8°C**. To use this standard, allow it to reach room temperature. Mix it gently by inversion. Inspect for precipitate. If present, sonicate for a few minutes to redissolve. Open the ampule and withdraw an aliquot appropriate for your application.

Traceability Information

Analyte Source Materials: The highest purity analyte source materials are used in the manufacture of this standard. The actual purity is referenced above.

Method: This standard was verified gravimetrically.

Balance: All analytical balances are calibrated on a semiannual basis by an ISO 17025 accredited calibration laboratory and are traceable to NIST. Traceable Calibration Certificate available upon request.

All balances are checked daily by an in-house standard operating procedure. The weights used for this daily verification are calibrated annually by an ISO 17025 accredited calibration laboratory and are certified traceable to NIST. Certificate of Calibration and Traceability available upon request.



ISO 9001:2008 UL Registered Firm - Certificate # 10002343 QM08

Page 1 of 2



**Anexo 8: DATOS OBTENIDOS DEL ANÁLISIS DE LA LINEALIDAD EN
LOS TRES DÍAS**

Tabla A 8.3 Datos de los tres días del Naftaleno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
500,00	25305,807	28906,544	29857,3698
500,00	25191,862	28846,893	29644,0371
500,00	25190,292	28958,025	29276,5832
1000,00	59037,0335	61955,8626	61552,7695
1000,00	55844,4614	61249,4135	62440,827
1000,00	55578,2324	55914,0116	63638,5321
1500,00	81033,9422	92780,5858	93441,1127
1500,00	86625,8747	93194,0118	92753,8431
1500,00	87181,2651	92782,0955	90834,4992
2000,00	106430,696	115123,4742	113246,275
2000,00	110501,146	112808,1485	114921,782
2000,00	110881,438	115858,9171	108632,998
2500,00	141771,541	139688,5116	139907,676
2500,00	140903,773	138516,2809	141883,353
2500,00	140033,343	141306,0431	142439,1
3000,00	160614,821	160645,3056	165198,557
3000,00	161546,66	162926,9027	163801,932
3000,00	160949,877	159817,9688	165296,451
Sm	0,8976	1,1967	0,9908
S(L_o)	1747,8618	2330,1621	1929,2173
Sresiduales	3251,9335	4335,3155	3589,3493

Tabla A 8.4 Datos de los tres días Acenaftileno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
1000,00	39655,8134	39677,1794	41115,6398
1000,00	40409,3861	40888,9216	40569,9683
1000,00	40155,3718	40917,191	41190,9313
2000,00	80746,9834	83293,123	82145,9703
2000,00	81867,4833	81597,4072	82946,916
2000,00	82017,0794	81511,1344	83711,1214
3000,00	118115,561	118258,4567	121265,5668
3000,00	118356,529	120160,5885	120433,1193
3000,00	117278,415	121410,3141	119941,6418
4000,00	153636,429	158343,9723	156424,8804
4000,00	152734,555	156977,8216	156819,5166
4000,00	153119,477	157834,5486	158033,6703
5000,00	192666,763	193207,9666	194234,9671
5000,00	192437,318	199747,7096	196836,0445
5000,00	193584,32	193072,0541	195922,8404
6000,00	227764,852	228419,505	230740,3954
6000,00	228581,104	228747,3561	230180,1778
6000,00	230084,094	227758,7579	231917,5753
Sm	0,2214	0,3714	0,2500
S(L_o)	862,2965	1446,2746	973,5862
Sresiduales	1604,3208	2690,8243	1811,3776

Tabla A 8.5 Datos de los tres días del Fluoreno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
100,00	21404,9984	21068,0287	21051,4192
100,00	20603,3733	20919,7348	21147,6565
100,00	21848,9763	21859,8632	21428,2019
200,00	42189,597	43621,1499	44104,4164
200,00	42359,9614	42489,8995	43455,2332
200,00	42480,3209	42861,0759	43424,9224
300,00	62127,6192	63061,6337	62398,6525
300,00	61187,0012	63169,4343	62250,6879
300,00	61057,7882	63262,648	61026,2564
400,00	81290,3569	82723,3052	81298,595
400,00	81327,7074	81935,2388	82192,9961
400,00	81034,4084	82147,9561	81548,1638
500,00	101480,94	100587,6491	101219,6462
500,00	102583,707	100688,9014	102354,2667
500,00	102523,409	100682,5466	103197,5848
600,00	120368,007	119230,2558	120725,3051
600,00	121387,997	118641,1716	122332,8313
600,00	120176,734	117096,8903	121678,1439
Sm	1,0175	1,9255	1,3852
S(L_o)	396,2707	749,8854	539,4596
Sresiduales	737,2699	1395,1775	1003,6760

Tabla A 8.6 Datos de los tres días del Acenafteno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
500,00	14301,588	15425,9337	15649,931
500,00	14180,901	15814,8793	15487,388
500,00	13997,528	16035,7167	15567,473
1000,00	30944,2123	31332,1474	30718,7082
1000,00	31296,1873	32689,8244	32576,0989
1000,00	31931,5035	31594,3648	31807,8767
1500,00	44517,544	46253,9635	46213,2625
1500,00	45409,5141	45220,8213	45236,7278
1500,00	44339,6029	45444,3865	45062,3321
2000,00	59349,7678	60190,5753	58826,1985
2000,00	56433,2758	59739,2928	59429,6139
2000,00	58691,0275	60190,3936	60089,4566
2500,00	74463,8809	73405,113	72463,3034
2500,00	73773,8963	72186,6271	74825,8299
2500,00	73417,0236	73114,6529	72955,194
3000,00	85115,3197	84301,3887	87928,8712
3000,00	86511,9191	86208,4365	88729,6445
3000,00	87037,5481	86175,5081	83815,2656
Sm	0,3671	0,3252	0,3690
S(L_o)	714,8552	633,2523	718,5012
Sresiduales	1330,0032	1178,1793	1336,7865

Tabla A 8.7Datos de los tres días del Fenantreno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	22157,2717	23787,7803	26096,0569
50,00	21118,2863	24496,8235	25400,2835
50,00	21186,181	25434,1979	26246,5607
100,00	45080,8121	45177,8171	46127,8296
100,00	45127,2759	46839,6771	46058,9521
100,00	45122,5395	45930,6771	46490,4463
150,00	65268,976	68302,6853	67185,1912
150,00	65940,5641	68772,3493	66676,0329
150,00	65785,6017	68678,7599	65718,1468
200,00	84527,3136	88833,4747	86754,1463
200,00	84587,2922	89550,49	86987,3236
200,00	84445,1132	91134,3588	89574,5042
250,00	110377,61	108456,1032	109477,6543
250,00	109099,012	110309,6461	109456,8665
250,00	108326,1	110663,82	109246,7342
300,00	131723,715	130251,9807	131802,2297
300,00	128536,462	130947,1818	130849,3727
300,00	130359,502	130456,5425	131361,6717
Sm	4,0459	2,9200	2,5476
S(L_o)	787,8263	568,5802	496,0755
Sresiduales	1465,7673	1057,8554	922,9588

Tabla A 8.8Datos de los tres días del Antraceno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	29524,8407	31103,1682	30845,4061
50,00	30065,2078	31027,9594	30718,0934
50,00	30697,8135	30749,9617	30697,28
100,00	60635,636	61341,2343	62523,2994
100,00	60933,8421	61645,772	62822,6328
100,00	59126,5903	61624,7716	62896,4068
150,00	87372,1945	89493,9422	89554,9928
150,00	88332,7509	88626,2639	89505,1635
150,00	87268,0429	91714,7356	88365,2076
200,00	116995,248	119807,4539	117556,1838
200,00	115171,73	118359,9421	115749,0808
200,00	116696,614	118106,8154	118751,7056
250,00	147120,086	144854,9303	147130,6478
250,00	146894,851	146126,8948	146618,3422
250,00	147202,348	146185,2654	147313,5517
300,00	172013,01	170561,9715	173208,3394
300,00	174379,45	172787,7396	171807,4756
300,00	175745,528	171735,2589	177087,7871
Sm	3,3321	4,4287	4,5411
S(L_o)	648,8412	862,3563	884,2486
Sresiduales	1207,1826	1604,4320	1645,1630

Tabla A 8.9 Datos de los tres días del Fluoranteno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
100,00	15059,5123	14299,4072	14907,8585
100,00	14133,4051	15409,8234	15412,6793
100,00	14978,4811	14922,2652	14711,4648
200,00	27985,0264	30867,2203	29808,0688
200,00	28193,9618	29692,1338	30744,5212
200,00	28827,1188	30909,7212	29812,1158
300,00	41565,808	43921,5827	42628,1601
300,00	42528,4295	43681,1012	41598,6469
300,00	41747,3929	43259,7636	42559,5562
400,00	53557,1289	55515,6619	57453,2478
400,00	55485,3158	57444,6771	57571,4394
400,00	56194,3031	55070,8803	59737,0504
500,00	67058,1883	70108,1232	71527,7871
500,00	70457,2789	71447,6693	71112,8839
500,00	69410,0862	71618,6786	73434,547
600,00	81896,8084	83284,538	87282,5085
600,00	81341,4673	81327,0549	86763,5156
600,00	81753,5416	84581,3051	84145,2367
Sm	1,2167	1,6825	1,5865
S(L_o)	473,8388	655,2243	617,8511
Sresiduales	881,5871	1219,0586	1149,5249

Tabla A 8.10 Datos de los tres días del Pireno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	8237,053	9920,058	9562,94
50,00	8165,381	10032,233	9617,814
50,00	8193,934	9910,836	9605,675
100,00	15407,626	16900,728	16748,127
100,00	15432,811	17927,8348	16898,707
100,00	15280,123	16320,0704	16784,625
150,00	23312,2996	23383,9517	21906,4977
150,00	22242,3937	23534,5463	23054,8811
150,00	22145,8578	24707,4107	21786,0165
200,00	29344,0358	28347,9947	30270,4446
200,00	28344,1484	28288,7085	27663,913
200,00	28522,6559	27887,1838	29294,3512
250,00	35694,8145	35868,7175	36930,0176
250,00	34786,5746	36538,7666	37021,1451
250,00	35527,8242	35743,2565	36122,3699
300,00	42251,687	42015,9483	44217,4139
300,00	42028,152	42288,7456	41588,4883
300,00	42085,854	43500,3732	42009,5693
Sm	1,2557	2,4149	2,4508
S(L_o)	244,5219	470,2389	477,2337
Sresiduales	454,9381	874,8894	887,9033

Tabla A 8.11 Datos de los tres días del Criseno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	23739,983	25088,3565	25744,9773
50,00	23378,608	25619,2824	25675,6803
50,00	23336,766	25836,7165	27075,1085
100,00	48773,6914	51275,4213	55370,456
100,00	49443,7422	48451,7205	56146,7912
100,00	52764,5458	54813,0008	54543,6381
150,00	69337,1526	75444,3328	80129,7105
150,00	72496,5392	76684,7743	78349,0645
150,00	71355,5278	74066,2716	75285,7036
200,00	91709,6951	98553,5326	96737,505
200,00	95928,7757	102039,5397	103081,3301
200,00	97108,9507	100326,7975	102868,9243
250,00	124008,885	123811,1587	127936,2228
250,00	124107,692	126935,7999	129682,8765
250,00	124098,644	124414,0031	125063,353
300,00	146723,296	148996,3781	150420,6131
300,00	151641,987	143914,7488	152131,2374
300,00	146278,484	148953,0541	149536,8814
Sm	7,1186	5,5629	6,7153
S(L_o)	1386,1418	1083,2218	1307,6219
Sresiduales	58,3222	29787,1510	2432,8580

Tabla A 8.12 Datos de los tres días del Benzo (a) antraceno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	13517,502	15325,656	15921,012
50,00	13443,649	16013,588	16656,14
50,00	13250,342	15805,201	16348,071
100,00	29846,788	29874,2766	33363,7987
100,00	30837,9575	31949,6838	32640,7239
100,00	31748,4617	32206,8009	32544,7662
150,00	42195,5722	42617,6684	48146,9535
150,00	44138,4798	44722,3499	45682,3911
150,00	42128,3995	43225,5363	46688,8143
200,00	57261,5869	59414,422	63352,2715
200,00	54750,0381	58483,0923	61263,7102
200,00	54274,7681	60411,8904	58956,3182
250,00	72703,2143	78023,5253	71985,3308
250,00	72135,4152	74160,5797	76724,0469
250,00	74784,1963	76138,1726	76068,0018
300,00	93745,7249	85796,6675	92275,0757
300,00	92673,3272	87264,7532	88334,7389
300,00	91535,9546	85990,4358	91066,8889
Sm	7,0951	4,9445	4,5112
S(L_o)	1381,5668	962,7968	878,4343
Sresiduales	2570,4341	1791,3038	1634,3454

Tabla A 8.13 Datos de los tres días del Benzo (b) fluoranteno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
100,00	33050,7073	33098,275	34273,7999
100,00	33214,6348	34887,985	33121,8862
100,00	34900,8228	36396,817	35323,2707
200,00	67690,1528	71529,4908	73420,5535
200,00	69216,2838	71071,2444	69450,7946
200,00	62424,5777	67800,8846	70299,4393
300,00	99531,7576	101497,979	98746,8306
300,00	98881,6151	104094,9363	100457,6451
300,00	102226,287	97121,2632	97458,7605
400,00	122448,782	134114,2938	134525,4449
400,00	130022,449	126904,0263	132525,0767
400,00	125862,618	132127,9634	132455,6514
500,00	167510,656	163119,0966	164848,6871
500,00	160098,316	164366,2446	167189,1725
500,00	161889,66	161566,9378	167471,748
600,00	191848,64	194884,1896	200435,7348
600,00	192197,074	190491,9223	193435,8848
600,00	197063,349	194506,2528	198012,3468
Sm	4,5486	3,6385	3,3228
S(L_o)	1771,4376	1417,0106	1294,0515
Sresiduales	3295,7969	2636,3781	2407,6100

Tabla A 8.14 Datos de los tres días del Benzo (k) fluoranteno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	12427,908	14131,543	14379,446
50,00	12971,9244	14351,485	14764,194
50,00	12872,0187	14714,406	14938,632
100,00	23205,691	26145,6334	26706,027
100,00	24593,5807	25206,0208	25479,8008
100,00	22707,0115	24382,3914	24342,6369
150,00	34835,7362	34206,8493	35849,8008
150,00	34921,4338	35883,1624	34433,723
150,00	34382,2841	35007,9408	34349,7915
200,00	44052,3053	45332,1638	45359,5133
200,00	43647,5721	46490,9291	44508,5523
200,00	43970,7582	44018,9836	45579,539
250,00	55940,7898	53894,2704	53841,5824
250,00	55436,7314	54889,9968	55517,5588
250,00	56514,9248	57245,4512	57413,1301
300,00	66251,9325	66221,8121	65119,9777
300,00	66748,8442	64521,5804	69663,6766
300,00	66138,1713	66140,6243	68280,4429
Sm	1,8768	2,6412	3,7616
S(L_o)	365,4602	514,2916	732,4630
Sresiduales	679,9463	956,8503	1362,7628

Tabla A 8.15 Datos de los tres días del Benzo (a) pireno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	10157,184	11857,554	11983,347
50,00	10380,55	11426,32	11821,833
50,00	10429,407	11869,968	11898,544
100,00	20272,6201	22292,0657	22507,395
100,00	21315,6381	23484,8597	23484,4659
100,00	22578,7138	21321,8573	22050,0306
150,00	30578,693	32246,7475	32286,6921
150,00	30334,616	35548,9435	34190,6726
150,00	30968,238	31342,9994	33719,8523
200,00	41987,396	41564,1056	44107,273
200,00	41321,9655	39898,3304	44554,7723
200,00	41671,8404	42218,3107	44619,4411
250,00	50546,5725	54348,8052	54802,5773
250,00	50244,2086	50859,1284	49959,9016
250,00	52983,9012	50906,0759	54895,1483
300,00	62863,9695	61197,4528	64181,0997
300,00	63598,2276	62167,4588	61775,5463
300,00	63839,7241	62379,958	64300,9329
Sm	2,6571	3,7480	3,7391
S(L_o)	517,4021	729,8235	728,0781
Sresiduales	962,6375	1357,8519	1354,6045

Tabla A 8.16 Datos de los tres días del Dibenzo (a,h) antraceno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
100,00	9632,8609	10608,6202	9931,465
100,00	10140,8966	10526,5187	10473,7294
100,00	10062,8877	10546,5264	10431,9828
200,00	16395,9947	17278,2313	18021,2466
200,00	17340,7535	18305,1003	18264,8862
200,00	17616,355	18612,0558	18776,1844
300,00	29179,9164	30236,1851	30729,3468
300,00	30444,1408	31117,8497	29899,3368
300,00	29290,7067	31389,7795	28557,3551
400,00	36997,6081	35489,063	38133,5487
400,00	35218,242	35055,9134	35958,9048
400,00	36393,2657	36040,7009	35967,6186
500,00	46063,9257	46532,0485	48461,6458
500,00	47926,0337	45932,4047	48010,7204
500,00	46296,6854	48351,7988	48368,5239
600,00	53785,8446	56324,1718	54862,7744
600,00	57156,5776	56410,3565	56777,9078
600,00	55263,3344	55204,9029	56796,9599
Sm	1,9390	2,2468	1,6770
S(L_o)	755,1274	875,0041	653,0982
Sresiduales	1404,9303	1627,9635	1215,1028

Tabla A 8.17 Datos de los tres días del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
50,00	12054,854	14040,124	16830,769
50,00	12098,181	14019,879	16260,454
50,00	12194,774	13392,972	16329,479
100,00	27366,565	29401,867	29489,7276
100,00	27341,4533	27762,3376	31317,8257
100,00	27630,2364	27497,8458	31425,6318
150,00	39435,056	40143,011	43096,44
150,00	37228,2566	39743,878	42907,87
150,00	43101,143	39764,932	43351,416
200,00	54180,633	58718,6929	59570,8261
200,00	54218,255	51924,6932	59490,6403
200,00	53028,269	58227,8825	56262,7225
250,00	67625,023	71929,8384	73964,3666
250,00	66604,896	71957,0406	72349,8666
250,00	68185,995	70788,1991	73383,7884
300,00	85518,6436	81634,9261	84649,5945
300,00	88882,3149	87019,1075	85331,5244
300,00	86174,246	84658,7053	82041,0875
Sm	5,9805	5,5444	4,0807
S(L_o)	1164,5412	1079,6109	794,6053
Sresiduales	2166,6533	2008,6388	1478,3798

Tabla A 8.18 Datos de los tres días del Benzo (g,i,h) perileno

	Día 1	Día 2	Día 3
Concentración ug/L	Área	Área	Área
100,00	11461,756	10959,585	15418,439
100,00	10887,781	10623,968	16716,736
100,00	10547,442	10619,235	16680,558
200,00	24869,453	25062,225	28304,1656
200,00	24535,146	25140,975	29790,3568
200,00	24882,395	24932,041	30939,0345
300,00	37985,8334	37684,2074	43902,8643
300,00	35006,2619	38005,0984	42191,8948
300,00	36973,3991	36338,9259	42536,8598
400,00	47089,7134	49523,1454	51827,3589
400,00	51061,7223	48692,8081	51511,6438
400,00	49703,0872	48028,8793	51681,5618
500,00	59148,8118	61856,236	66020,6498
500,00	58890,8176	63429,9846	59953,8564
500,00	61663,9618	63662,2602	64595,5553
600,00	79875,899	74903,1263	74977,3133
600,00	77283,3518	76895,4781	78457,794
600,00	73576,8354	75518,1416	79469,2836
Sm	2,8352	1,3147	2,7530
S(L_o)	1104,1361	512,0044	1072,1563
Sresiduales	2054,2684	952,5950	1994,7693

Anexo 9: DATOS PROMEDIOS OBTENIDOS EN LA LINEALIDAD

Tabla A 9.19 Datos medios del Naftaleno

Concentración ug/L	Área (leída) L obs	p^2	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado - Preal)	
Día 1	500	25229,320	250000,0	-1250,000	1562500,000	31856,842	6627,521	43924039	376,229	-123,771
Día 2	500	28903,821	250000,0	-1250,000	1562500,000	31856,842	2953,021	8720333	444,851	-55,149
Día 3	500	29592,663	250000,0	-1250,000	1562500,000	31856,842	2264,178	5126503	457,716	-42,284
Día 1	1000	56819,909	1000000,0	-750,000	562500,000	58630,170	1810,261	3277044	966,193	-33,807
Día 2	1000	59706,429	1000000,0	-750,000	562500,000	58630,170	-1076,259	1158334	1020,099	20,099
Día 3	1000	62544,043	1000000,0	-750,000	562500,000	58630,170	-3913,873	15318402	1073,093	73,093
Día 1	1500	84947,027	2250000,0	-250,000	62500,000	85403,498	456,471	208366	1491,475	-8,525
Día 2	1500	92918,898	2250000,0	-250,000	62500,000	85403,498	-7515,400	56481231	1640,352	140,352
Día 3	1500	92343,152	2250000,0	-250,000	62500,000	85403,498	-6939,654	48158792	1629,600	129,600
Día 1	2000	109271,094	4000000,0	250,000	62500,000	112176,826	2905,733	8443283	1945,735	-54,265
Día 2	2000	114596,847	4000000,0	250,000	62500,000	112176,826	-2420,020	5856498	2045,195	45,195
Día 3	2000	112267,019	4000000,0	250,000	62500,000	112176,826	-90,192	8135	2001,684	1,684
Día 1	2500	140902,886	6250000,0	750,000	562500,000	138950,155	-1952,731	3813158	2536,468	36,468
Día 2	2500	139836,945	6250000,0	750,000	562500,000	138950,155	-886,791	786398	2516,561	16,561
Día 3	2500	141410,043	6250000,0	750,000	562500,000	138950,155	-2459,888	6051051	2545,939	45,939
Día 1	3000	161037,119	9000000,0	1250,000	1562500,000	165723,483	4686,363	21962003	2912,481	-87,519
Día 2	3000	161130,059	9000000,0	1250,000	1562500,000	165723,483	4593,424	21099541	2914,216	-85,784
Día 3	3000	164765,647	9000000,0	1250,000	1562500,000	165723,483	957,836	917450	2982,112	-17,888
Suma	31500,00		68250000,0		13125000,000			251310559,7234		
Concen.										
Promedio	1750,00									
m:	53,5467				S_B:	43,8075647				
L_o:	5083,5134				S_{residuales}:	3963,19442				
r²:	0,9934				S_m:	1,09395				
					S_{Lo}:	2130,15299				

Tabla A 9.21 Datos medios del Fluoreno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	100	21285,783	10000,0	-250,000	62500,000	22367,119	1081,336	1169288	94,517	-5,483
Día 2	100	21282,542	10000,0	-250,000	62500,000	22367,119	1084,577	1176306	94,501	-5,499
Día 3	100	21209,093	10000,0	-250,000	62500,000	22367,119	1158,026	1341025	94,128	-5,872
Día 1	200	42343,293	40000,0	-150,000	22500,000	42089,273	-254,020	64526	201,288	1,288
Día 2	200	42990,708	40000,0	-150,000	22500,000	42089,273	-901,435	812585	204,571	4,571
Día 3	200	43661,524	40000,0	-150,000	22500,000	42089,273	-1572,251	2471972	207,972	7,972
Día 1	300	61457,470	90000,0	-50,000	2500,000	61811,428	353,958	125286	298,205	-1,795
Día 2	300	63164,572	90000,0	-50,000	2500,000	61811,428	-1353,144	1830999	306,861	6,861
Día 3	300	61891,866	90000,0	-50,000	2500,000	61811,428	-80,438	6470	300,408	0,408
Día 1	400	81217,491	160000,0	50,000	2500,000	81533,582	316,091	99914	398,397	-1,603
Día 2	400	82268,833	160000,0	50,000	2500,000	81533,582	-735,251	540594	403,728	3,728
Día 3	400	81679,918	160000,0	50,000	2500,000	81533,582	-146,336	21414	400,742	0,742
Día 1	500	102196,019	250000,0	150,000	22500,000	101255,737	-940,282	884131	504,768	4,768
Día 2	500	100653,032	250000,0	150,000	22500,000	101255,737	602,704	363252	496,944	-3,056
Día 3	500	102257,166	250000,0	150,000	22500,000	101255,737	-1001,429	1002861	505,078	5,078
Día 1	600	120644,246	360000,0	250,000	62500,000	120977,891	333,645	111319	598,308	-1,692
Día 2	600	118322,773	360000,0	250,000	62500,000	120977,891	2655,119	7049654	586,537	-13,463
Día 3	600	121578,760	360000,0	250,000	62500,000	120977,891	-600,869	361044	603,047	3,047
Suma	6300,00		2730000,0		525000,000			19432641,9527		
Concen.										
Promedio	350,00									
						S_B:	0,21991466			
m:	197,2215					S_{residuales}:	1102,06176			
L_o:	2644,9643					S_m:	1,52099			
r²:	0,9990					S_{Lo}:	592,34040			

Tabla A 9.22 Datos medios del Acenafteno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	500	14160,006	250000,0	-1250,000	1562500,000	16511,487	2351,481	5529462	416,758	-83,242
Día 2	500	15758,843	250000,0	-1250,000	1562500,000	16511,487	752,643	566472	473,357	-26,643
Día 3	500	15568,264	250000,0	-1250,000	1562500,000	16511,487	943,223	889669	466,610	-33,390
Día 1	1000	31390,634	1000000,0	-750,000	562500,000	30635,925	-754,710	569586	1026,716	26,716
Día 2	1000	31872,112	1000000,0	-750,000	562500,000	30635,925	-1236,187	1528159	1043,761	43,761
Día 3	1000	31700,895	1000000,0	-750,000	562500,000	30635,925	-1064,970	1134161	1037,700	37,700
Día 1	1500	44755,554	2250000,0	-250,000	62500,000	44760,363	4,809	23	1499,830	-0,170
Día 2	1500	45639,724	2250000,0	-250,000	62500,000	44760,363	-879,361	773275	1531,129	31,129
Día 3	1500	45504,107	2250000,0	-250,000	62500,000	44760,363	-743,744	553156	1526,328	26,328
Día 1	2000	58158,024	4000000,0	250,000	62500,000	58884,801	726,778	528206	1974,272	-25,728
Día 2	2000	60040,087	4000000,0	250,000	62500,000	58884,801	-1155,286	1334685	2040,897	40,897
Día 3	2000	59448,423	4000000,0	250,000	62500,000	58884,801	-563,622	317669	2019,952	19,952
Día 1	2500	73884,934	6250000,0	750,000	562500,000	73009,240	-875,694	766840	2530,999	30,999
Día 2	2500	72902,131	6250000,0	750,000	562500,000	73009,240	107,109	11472	2496,208	-3,792
Día 3	2500	73414,776	6250000,0	750,000	562500,000	73009,240	-405,536	164460	2514,356	14,356
Día 1	3000	86221,596	9000000,0	1250,000	1562500,000	87133,678	912,082	831894	2967,713	-32,287
Día 2	3000	85561,778	9000000,0	1250,000	1562500,000	87133,678	1571,900	2470870	2944,355	-55,645
Día 3	3000	86824,594	9000000,0	1250,000	1562500,000	87133,678	309,084	95533	2989,059	-10,941
Suma	31500,00		68250000,0		13125000,000			18065592,8912		
Concen. Promedio	1750,00									
						S_B:	30,914086			
m:	28,2489					S_{residuales}:	1062,59096			
L_o:	2387,0483					S_m:	0,29330			
r²:	0,9983					S_{Lo}:	571,12548			

Tabla A 9.23 Datos medios del Fenantreno

Concentración ug/L	Área (leída) L obs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	50	7613,575	2500,0	-125,000	15625,000	10028,390	2414,815	5831332	31,334	-18,666
Día 2	50	10912,065	2500,0	-125,000	15625,000	10028,390	-883,675	780882	56,831	6,831
Día 3	50	11739,567	2500,0	-125,000	15625,000	10028,390	-1711,177	2928126	63,227	13,227
Día 1	100	16234,604	10000,0	-75,000	5625,000	16496,946	262,343	68824	97,972	-2,028
Día 2	100	17049,544	10000,0	-75,000	5625,000	16496,946	-552,598	305365	104,271	4,271
Día 3	100	17200,250	10000,0	-75,000	5625,000	16496,946	-703,303	494635	105,436	5,436
Día 1	150	22566,850	22500,0	-25,000	625,000	22965,503	398,652	158924	146,919	-3,081
Día 2	150	23875,303	22500,0	-25,000	625,000	22965,503	-909,800	827736	157,032	7,032
Día 3	150	22249,132	22500,0	-25,000	625,000	22965,503	716,371	513187	144,463	-5,537
Día 1	200	28736,947	40000,0	25,000	625,000	29434,059	697,112	485966	194,612	-5,388
Día 2	200	28174,629	40000,0	25,000	625,000	29434,059	1259,430	1586164	190,265	-9,735
Día 3	200	29076,236	40000,0	25,000	625,000	29434,059	357,823	128037	197,234	-2,766
Día 1	250	35336,404	62500,0	75,000	5625,000	35902,615	566,211	320595	245,623	-4,377
Día 2	250	36050,247	62500,0	75,000	5625,000	35902,615	-147,632	21795	251,141	1,141
Día 3	250	36691,178	62500,0	75,000	5625,000	35902,615	-788,562	621830	256,095	6,095
Día 1	300	42882,679	90000,0	125,000	15625,000	42371,172	-511,508	261640	303,954	3,954
Día 2	300	42601,689	90000,0	125,000	15625,000	42371,172	-230,517	53138	301,782	1,782
Día 3	300	42605,157	90000,0	125,000	15625,000	42371,172	-233,985	54749	301,809	1,809
Suma	3150,00		682500,0		131250,000			15442925,1677		
Concen. Promedio	175,00									
						S_B:		5,3313939		
m:	129,3711					S_{residuales}:		982,43719		
L_o:	3559,8338					S_m:		2,71178		
r²:	0,9930					S_{Lo}:		528,04412		

Tabla A 9.24 Datos medios del Antraceno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	50	30095,954	2500,0	-125,000	15625,000	31835,616	1739,662	3026423	46,947	-3,053
Día 2	50	30960,363	2500,0	-125,000	15625,000	31835,616	875,253	766067	48,464	-1,536
Día 3	50	30753,593	2500,0	-125,000	15625,000	31835,616	1082,023	1170773	48,101	-1,899
Día 1	100	60232,023	10000,0	-75,000	5625,000	60324,936	92,913	8633	99,837	-0,163
Día 2	100	61537,259	10000,0	-75,000	5625,000	60324,936	-1212,323	1469728	102,128	2,128
Día 3	100	62747,446	10000,0	-75,000	5625,000	60324,936	-2422,511	5868557	104,252	4,252
Día 1	150	87657,663	22500,0	-25,000	625,000	88814,256	1156,593	1337708	147,970	-2,030
Día 2	150	89944,981	22500,0	-25,000	625,000	88814,256	-1130,725	1278538	151,984	1,984
Día 3	150	89141,788	22500,0	-25,000	625,000	88814,256	-327,532	107277	150,575	0,575
Día 1	200	116287,864	40000,0	25,000	625,000	117303,576	1015,712	1031671	198,217	-1,783
Día 2	200	118758,070	40000,0	25,000	625,000	117303,576	-1454,495	2115554	202,553	2,553
Día 3	200	117352,323	40000,0	25,000	625,000	117303,576	-48,747	2376	200,086	0,086
Día 1	250	147072,428	62500,0	75,000	5625,000	145792,896	-1279,532	1637203	252,246	2,246
Día 2	250	145722,364	62500,0	75,000	5625,000	145792,896	70,533	4975	249,876	-0,124
Día 3	250	147020,847	62500,0	75,000	5625,000	145792,896	-1227,951	1507864	252,155	2,155
Día 1	300	174045,996	90000,0	125,000	15625,000	174282,216	236,220	55800	299,585	-0,415
Día 2	300	171694,990	90000,0	125,000	15625,000	174282,216	2587,226	6693739	295,459	-4,541
Día 3	300	174034,534	90000,0	125,000	15625,000	174282,216	247,682	61346	299,565	-0,435
Suma	3150,00		682500,0		131250,000			28144233,2694		
Concen. Promedio	175,00									
						S_B:	0,792186			
m:	569,7864					S_{residuales}:	1326,27847			
L_o:	3346,2957					S_m:	3,66088			
r²:	0,9993					S_{Lo}:	712,85326			

Tabla A 9.25 Datos medios del Fluoranteno

	Concentración	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)
Día 1	100	14723,800	10000,0	-250,000	62500,000	15316,061	592,261	350773	95,687	-4,313
Día 2	100	14877,165	10000,0	-250,000	62500,000	15316,061	438,895	192629	96,804	-3,196
Día 3	100	15010,668	10000,0	-250,000	62500,000	15316,061	305,393	93265	97,776	-2,224
Día 1	200	28335,369	40000,0	-150,000	22500,000	29047,015	711,646	506440	194,817	-5,183
Día 2	200	30489,692	40000,0	-150,000	22500,000	29047,015	-1442,677	2081316	210,507	10,507
Día 3	200	30121,569	40000,0	-150,000	22500,000	29047,015	-1074,553	1154665	207,826	7,826
Día 1	300	41947,210	90000,0	-50,000	2500,000	42777,970	830,760	690162	293,950	-6,050
Día 2	300	43620,816	90000,0	-50,000	2500,000	42777,970	-842,846	710389	306,138	6,138
Día 3	300	42262,121	90000,0	-50,000	2500,000	42777,970	515,849	266100	296,243	-3,757
Día 1	400	55078,916	160000,0	50,000	2500,000	56508,925	1430,009	2044925	389,586	-10,414
Día 2	400	56010,406	160000,0	50,000	2500,000	56508,925	498,518	248520	396,369	-3,631
Día 3	400	58253,913	160000,0	50,000	2500,000	56508,925	-1744,988	3044983	412,708	12,708
Día 1	500	68975,184	250000,0	150,000	22500,000	70239,879	1264,695	1599453	490,789	-9,211
Día 2	500	71058,157	250000,0	150,000	22500,000	70239,879	-818,278	669579	505,959	5,959
Día 3	500	72025,073	250000,0	150,000	22500,000	70239,879	-1785,193	3186916	513,001	13,001
Día 1	600	81663,939	360000,0	250,000	62500,000	83970,834	2306,895	5321764	583,199	-16,801
Día 2	600	83064,299	360000,0	250,000	62500,000	83970,834	906,535	821805	593,398	-6,602
Día 3	600	86063,754	360000,0	250,000	62500,000	83970,834	-2092,920	4380313	615,242	15,242
Suma	6300,00		2730000,0		525000,000			27363995,5546		
Concen.										
Promedio	350,00									
						S_B:	1,04543778			
m:	137,3095					S_{residuales}:	1307,76516			
L_o:	1585,1058					S_m:	1,80489			
r²:	0,9972					S_{Lo}:	702,90265			

Tabla A 9.26 Datos medios del Pireno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	50	8198,789	2500,0	-125,000	15625,000	9478,456	1279,666	1637546	40,288	-9,712
Día 2	50	9954,376	2500,0	-125,000	15625,000	9478,456	-475,920	226500	53,612	3,612
Día 3	50	9595,476	2500,0	-125,000	15625,000	9478,456	-117,021	13694	50,888	0,888
Día 1	100	15373,520	10000,0	-75,000	5625,000	16066,359	692,839	480026	94,742	-5,258
Día 2	100	17049,544	10000,0	-75,000	5625,000	16066,359	-983,185	966653	107,462	7,462
Día 3	100	16810,486	10000,0	-75,000	5625,000	16066,359	-744,127	553725	105,648	5,648
Día 1	150	22566,850	22500,0	-25,000	625,000	22654,263	87,412	7641	149,337	-0,663
Día 2	150	23875,303	22500,0	-25,000	625,000	22654,263	-1221,040	1490939	159,267	9,267
Día 3	150	22249,132	22500,0	-25,000	625,000	22654,263	405,131	164131	146,925	-3,075
Día 1	200	28736,947	40000,0	25,000	625,000	29242,166	505,220	255247	196,166	-3,834
Día 2	200	28174,629	40000,0	25,000	625,000	29242,166	1067,537	1139636	191,898	-8,102
Día 3	200	29076,236	40000,0	25,000	625,000	29242,166	165,930	27533	198,741	-1,259
Día 1	250	35336,404	62500,0	75,000	5625,000	35830,070	493,665	243706	246,253	-3,747
Día 2	250	36050,247	62500,0	75,000	5625,000	35830,070	-220,177	48478	251,671	1,671
Día 3	250	36691,178	62500,0	75,000	5625,000	35830,070	-861,108	741506	256,536	6,536
Día 1	300	42121,898	90000,0	125,000	15625,000	42417,973	296,076	87661	297,753	-2,247
Día 2	300	42601,689	90000,0	125,000	15625,000	42417,973	-183,716	33751	301,394	1,394
Día 3	300	42605,157	90000,0	125,000	15625,000	42417,973	-187,184	35038	301,421	1,421
Suma	3150,00		682500,0		131250,000			8153410,6040		
Concen. Promedio	175,00									
						S _B :	7,03947776			
m:	131,7581					S _{residuales} :	713,85444			
L _o :	2890,5521					S _m :	1,97043			
r ² :	0,9964					S _{Lo} :	383,68523			

Tabla A 9.31 Datos medios del Benzo (a) pireno

	Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)
Día 1	50	10322,380	2500,0	-125,000	15625,000	11638,853	1316,473	1733101	43,568	-6,432
Día 2	50	11717,947	2500,0	-125,000	15625,000	11638,853	-79,094	6256	50,386	0,386
Día 3	50	11901,241	2500,0	-125,000	15625,000	11638,853	-262,388	68847	51,282	1,282
Día 1	100	21388,991	10000,0	-75,000	5625,000	21873,267	484,276	234524	97,634	-2,366
Día 2	100	22366,261	10000,0	-75,000	5625,000	21873,267	-492,994	243043	102,409	2,409
Día 3	100	22680,631	10000,0	-75,000	5625,000	21873,267	-807,363	651836	103,944	3,944
Día 1	150	30627,182	22500,0	-25,000	625,000	32107,681	1480,498	2191876	142,767	-7,233
Día 2	150	33046,230	22500,0	-25,000	625,000	32107,681	-938,549	880875	154,585	4,585
Día 3	150	33399,072	22500,0	-25,000	625,000	32107,681	-1291,392	1667692	156,309	6,309
Día 1	200	41660,401	40000,0	25,000	625,000	42342,094	681,694	464706	196,670	-3,330
Día 2	200	41226,916	40000,0	25,000	625,000	42342,094	1115,179	1243624	194,552	-5,448
Día 3	200	44427,162	40000,0	25,000	625,000	42342,094	-2085,068	4347507	210,187	10,187
Día 1	250	51258,227	62500,0	75,000	5625,000	52576,508	1318,281	1737864	243,560	-6,440
Día 2	250	52038,003	62500,0	75,000	5625,000	52576,508	538,505	289988	247,369	-2,631
Día 3	250	53219,209	62500,0	75,000	5625,000	52576,508	-642,701	413064	253,140	3,140
Día 1	300	63433,974	90000,0	125,000	15625,000	62810,922	-623,052	388194	303,044	3,044
Día 2	300	61914,957	90000,0	125,000	15625,000	62810,922	895,965	802754	295,623	-4,377
Día 3	300	63419,193	90000,0	125,000	15625,000	62810,922	-608,271	369994	302,972	2,972
Suma	3150,00		682500,0		131250,000			17735744,5641		
Concen. Promedio	175,00									
							S _B :	4,21871019		
m:	204,6883						S _{residuales} :	1052,84568		
L _o :	1404,4397						S _m :	2,90613		
r ² :	0,9968						S _{Lo} :	565,88755		

Tabla A 9.32 Datos medios del Dibenzo (a,h) antraceno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	100	9945,548	10000,0	-250,000	62500,000	9890,236	-55,313	3060	100,600	0,600
Día 2	100	10560,555	10000,0	-250,000	62500,000	9890,236	-670,319	449328	107,277	7,277
Día 3	100	10279,059	10000,0	-250,000	62500,000	9890,236	-388,823	151184	104,221	4,221
Día 1	200	17117,701	40000,0	-150,000	22500,000	19101,492	1983,791	3935428	178,463	-21,537
Día 2	200	18065,129	40000,0	-150,000	22500,000	19101,492	1036,363	1074049	188,749	-11,251
Día 3	200	18354,106	40000,0	-150,000	22500,000	19101,492	747,387	558587	191,886	-8,114
Día 1	300	29638,255	90000,0	-50,000	2500,000	28312,749	-1325,505	1756964	314,390	14,390
Día 2	300	30914,605	90000,0	-50,000	2500,000	28312,749	-2601,855	6769652	328,246	28,246
Día 3	300	29728,680	90000,0	-50,000	2500,000	28312,749	-1415,930	2004859	315,372	15,372
Día 1	400	36203,039	160000,0	50,000	2500,000	37524,006	1320,967	1744955	385,659	-14,341
Día 2	400	35528,559	160000,0	50,000	2500,000	37524,006	1995,447	3981809	378,337	-21,663
Día 3	400	36686,691	160000,0	50,000	2500,000	37524,006	837,315	701097	390,910	-9,090
Día 1	500	46762,215	250000,0	150,000	22500,000	46735,263	-26,952	726	500,293	0,293
Día 2	500	46938,751	250000,0	150,000	22500,000	46735,263	-203,488	41407	502,209	2,209
Día 3	500	48280,297	250000,0	150,000	22500,000	46735,263	-1545,034	2387129	516,773	16,773
Día 1	600	55401,919	360000,0	250,000	62500,000	55946,520	544,601	296590	594,088	-5,912
Día 2	600	55979,810	360000,0	250,000	62500,000	55946,520	-33,291	1108	600,361	0,361
Día 3	600	56145,881	360000,0	250,000	62500,000	55946,520	-199,361	39745	602,164	2,164
Suma	6300,00		2730000,0		525000,000			25897677,6572		
Concen. Promedio	350,00									
						S_B:	2,7289933			
m:	92,1126					S_{residuales}:	1272,24402			
L_o:	678,9788					S_m:	1,75586			
r²:	0,9942					S_{Lo}:	683,81062			

Tabla A 9.33 Datos medios del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	50	12115,936	2500,0	-125,000	15625,000	13904,656	1788,719	3199516	43,688	-6,312
Día 2	50	13817,658	2500,0	-125,000	15625,000	13904,656	86,997	7569	49,693	-0,307
Día 3	50	16473,567	2500,0	-125,000	15625,000	13904,656	-2568,912	6599308	59,066	9,066
Día 1	100	27446,085	10000,0	-75,000	5625,000	28072,784	626,699	392752	97,788	-2,212
Día 2	100	28220,683	10000,0	-75,000	5625,000	28072,784	-147,899	21874	100,522	0,522
Día 3	100	30744,395	10000,0	-75,000	5625,000	28072,784	-2671,611	7137505	109,428	9,428
Día 1	150	39921,485	22500,0	-25,000	625,000	42240,913	2319,427	5379744	141,815	-8,185
Día 2	150	39883,940	22500,0	-25,000	625,000	42240,913	2356,972	5555319	141,682	-8,318
Día 3	150	43118,575	22500,0	-25,000	625,000	42240,913	-877,663	770292	153,097	3,097
Día 1	200	53809,052	40000,0	25,000	625,000	56409,041	2599,989	6759942	190,825	-9,175
Día 2	200	56290,423	40000,0	25,000	625,000	56409,041	118,618	14070	199,581	-0,419
Día 3	200	58441,396	40000,0	25,000	625,000	56409,041	-2032,355	4130467	207,172	7,172
Día 1	250	67471,971	62500,0	75,000	5625,000	70577,170	3105,199	9642258	239,042	-10,958
Día 2	250	71558,359	62500,0	75,000	5625,000	70577,170	-981,190	962733	253,463	3,463
Día 3	250	73232,674	62500,0	75,000	5625,000	70577,170	-2655,504	7051702	259,371	9,371
Día 1	300	86858,402	90000,0	125,000	15625,000	84745,298	-2113,103	4465205	307,457	7,457
Día 2	300	84437,580	90000,0	125,000	15625,000	84745,298	307,719	94691	298,914	-1,086
Día 3	300	84007,402	90000,0	125,000	15625,000	84745,298	737,896	544491	297,396	-2,604
Suma	3150,00		682500,0		131250,000			62729436,4915		
Concen.										
Promedio	175,00									
						S_B	7,7503459			
m:	283,3626					S_{residuales}	1980,04792			
L_o:	-263,4730					S_m:	5,46545			
r²:	0,9941					S_{Lo}:	1064,24378			

Tabla A 9.34 Datos medios del Benzo (g,i,h) perileno

Concentración ug/L	Área (leída) Lobs	P ²	(P-Pm)	(P-Pm) ²	Lestimada	Lest.-Lobs	(Lobs-Lest) ²	P calculado	(Pcalculado -Preal)	
Día 1	100	10965,660	10000,0	-250,000	62500,000	13169,483	2203,824	4856839	82,407	-17,593
Día 2	100	10734,263	10000,0	-250,000	62500,000	13169,483	2435,221	5930300	80,560	-19,440
Día 3	100	16271,911	10000,0	-250,000	62500,000	13169,483	-3102,428	9625057	124,766	24,766
Día 1	200	24762,331	40000,0	-150,000	22500,000	25696,475	934,143	872624	192,543	-7,457
Día 2	200	25045,080	40000,0	-150,000	22500,000	25696,475	651,394	424315	194,800	-5,200
Día 3	200	29677,852	40000,0	-150,000	22500,000	25696,475	-3981,378	15851368	231,782	31,782
Día 1	300	36655,165	90000,0	-50,000	2500,000	38223,466	1568,301	2459568	287,481	-12,519
Día 2	300	37342,744	90000,0	-50,000	2500,000	38223,466	880,722	775671	292,969	-7,031
Día 3	300	42877,206	90000,0	-50,000	2500,000	38223,466	-4653,741	21657301	337,150	37,150
Día 1	400	49284,841	160000,0	50,000	2500,000	50750,457	1465,616	2148030	388,300	-11,700
Día 2	400	48748,278	160000,0	50,000	2500,000	50750,457	2002,179	4008722	384,017	-15,983
Día 3	400	51673,522	160000,0	50,000	2500,000	50750,457	-923,065	852048	407,369	7,369
Día 1	500	59901,197	250000,0	150,000	22500,000	63277,448	3376,251	11399071	473,048	-26,952
Día 2	500	62982,827	250000,0	150,000	22500,000	63277,448	294,621	86802	497,648	-2,352
Día 3	500	63523,354	250000,0	150,000	22500,000	63277,448	-245,906	60470	501,963	1,963
Día 1	600	76912,029	360000,0	250,000	62500,000	75804,439	-1107,589	1226754	608,842	8,842
Día 2	600	75772,249	360000,0	250,000	62500,000	75804,439	32,191	1036	599,743	-0,257
Día 3	600	77634,797	360000,0	250,000	62500,000	75804,439	-1830,358	3350209	614,611	14,611
Suma	6300,00		2730000,0		525000,000			85586185,2985		
Concen. Promedio	350,00									
					S_B:		25,0060173			
m:	125,2699				S_{residuales}:		2312,82005			
L_o:	642,4923				S_m:		3,19199			
r²:	0,9897				S_{Lo}:		1243,10342			

Anexo 10: INFORMACIÓN DE LA CURVA DE CALIBRACIÓN MEDIA DE LOS ESTÁNDARES

Tabla A 10.35 Datos medios del Naftaleno

Concentración	500,00	1000,00	1500,00	2000,00	2500,00	3000,00
Concentración Calculada (Pcal)	426,265	1019,795	1587,143	1997,538	2532,989	2936,270
Lobs	27908,601	59690,127	90069,692	112044,986	140716,625	162310,942
SL:	2345,749	2862,102	4445,688	2669,810	802,919	2126,345
SL/ $\sqrt{3}$: Urep	1354,319	1652,435	2566,719	1541,415	463,566	1227,646
Resol/$\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,074	0,020	0,087	0,002	0,033	0,064

Tabla A 10.36 Datos medios del Acenaftileno

Concentración	1000,00	2000,00	3000,00	4000,00	5000,00	6000,00
Concentración Calculada (Pcal)	937,006	2044,201	3033,749	4003,593	5029,733	5951,717
Lobs	40508,934	82204,135	119468,910	155991,652	194634,443	229354,869
SL:	442,840	698,066	1377,608	2469,188	1514,007	1400,629
SL/ $\sqrt{3}$: Urep	255,674	403,029	795,362	1425,586	874,112	808,654
Resol/$\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,063	0,044	0,034	0,004	0,030	0,048

Tabla A 10.37 Datos medios del Fluoreno

Concentración	100,00	200,00	300,00	400,00	500,00	600,00
Concentración Calculada (Pcal)	94,382	204,610	301,825	400,956	502,263	595,964
Lobs	21259,139	42998,509	62171,302	81722,081	101702,072	120181,926
SL:	43,372	659,150	887,194	526,938	909,010	1676,505
SL/ $\sqrt{3}$: U rep	25,041	380,560	512,222	304,228	524,817	967,931
Resol/$\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,006	0,005	0,002	0,001	0,002	0,004

Tabla A 10.38 Datos medios del Acenafteno

Concentración	500,00	1000,00	1500,00	2000,00	2500,00	3000,00
Concentración Calculada (Pcal)	452,242	1036,059	1519,096	2011,707	2513,854	2967,042
Lobs	15162,371	31654,547	45299,795	59215,511	73400,613	86202,656
SL:	873,288	244,062	476,179	962,407	491,554	631,621
SL/ $\sqrt{3}$: Urep	504,193	140,909	274,922	555,646	283,799	364,667
Resol/ $\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,048	0,036	0,019	0,012	0,014	0,033

Tabla A 10.39 Datos medios del Fenantreno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	50,464	102,560	149,471	194,037	250,953	302,515
Lobs	10088,402	16828,133	22897,095	28662,604	36025,943	42696,509
SL:	2182,835	519,505	861,919	455,378	677,713	161,238
SL/ $\sqrt{3}$: Urep	1260,260	299,936	497,629	262,913	391,278	93,091
Resol/ $\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,0005	0,003	0,001	0,006	0,001	0,003

Tabla A 10.40 Datos medios del Antraceno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	47,837	102,072	150,176	200,285	251,426	298,203
Lobs	30603,303	61505,576	88914,810	117466,086	146605,213	173258,507
SL:	451,377	1258,011	1160,429	1239,027	765,005	1354,057
SL/ $\sqrt{3}$: U rep	260,603	726,313	669,974	715,352	441,676	781,765
Resol/ $\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,002	0,002	0,0002	0,0003	0,001	0,002

Tabla A 10.41 Datos medios del Fluoranteno

Concentración	100,00	200,00	300,00	400,00	500,00	600,00
Concentración Calculada (Pcal)	96,755	204,383	298,777	399,554	503,250	597,280
Lobs	14870,544	29648,876	42610,049	56447,745	70686,138	83597,331
SL:	143,549	1152,326	889,398	1632,054	1558,606	2247,818
SL/ $\sqrt{3}$: Urep	82,878	665,296	513,494	942,267	899,862	1297,778
Resol/ $\sqrt{3}$: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,003	0,004	0,001	0,0004	0,003	0,003

Tabla A 10.42Datos medios del Pireno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	48,263	102,617	151,843	195,601	251,487	300,189
Lobs	9249,547	16411,184	22897,095	28662,604	36025,943	42442,915
SL:	927,508	906,557	861,919	455,378	677,713	278,014
SL/√3: Urep	535,497	523,401	497,629	262,913	391,278	160,512
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,002	0,003	0,002	0,004	0,001	0,0002

Tabla A 10.43Datos medios del Criseno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	48,112	103,636	149,115	197,672	252,207	299,259
Lobs	25055,053	52398,112	74794,342	98706,117	125562,071	148732,964
SL:	1397,962	2627,354	3468,890	3295,702	1799,244	1762,233
SL/√3: Urep	807,114	1516,904	2002,765	1902,775	1038,794	1017,425
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,002	0,004	0,001	0,002	0,002	0,001

Tabla A 10.44Datos medios del Benzo (a) antraceno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	48,856	104,785	147,854	196,221	250,579	301,706
Lobs	15142,351	31668,140	44394,018	58685,344	74746,943	89853,730
SL:	1534,577	1057,388	2146,563	2953,508	1458,158	3209,168
SL/√3: Urep	885,989	610,483	1239,318	1705,209	841,868	1852,814
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,001	0,005	0,002	0,004	0,001	0,002

Tabla A 10.45Datos medios del Benzo (b) fluoranteno

Concentración	100,00	200,00	300,00	400,00	500,00	600,00
Concentración Calculada (Pcal)	95,808	205,279	301,695	395,974	502,814	598,431
L obs	34252,022	69211,491	100001,897	130109,589	164228,946	194763,933
SL:	536,259	2441,030	1024,961	3621,243	1970,968	2201,186
SL/√3: Urep	309,609	1409,329	591,762	2090,726	1137,939	1270,855
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,004	0,005	0,002	0,004	0,003	0,002

Tabla A 10.46 Datos medios del Benzo (k) fluoranteno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	49,877	101,580	150,030	197,410	249,388	301,716
Lobs	13950,173	24752,088	34874,525	44773,369	55632,715	66565,229
SL:	1043,545	1090,593	159,774	767,657	312,574	1042,477
SL/√3: U rep	602,491	629,654	92,246	443,207	180,465	601,874
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,0001	0,002	0,00003	0,003	0,001	0,002

Tabla A 10.47 Datos medios del Benzo (a) pireno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	48,412	101,329	151,220	200,469	248,023	300,546
Lobs	11313,856	22145,294	32357,495	42438,159	52171,813	62922,708
SL:	863,521	673,575	1508,844	1736,109	987,315	872,769
SL/√3: Urep	498,554	388,889	871,132	1002,343	570,027	503,894
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,002	0,001	0,001	0,0005	0,002	0,001

Tabla A 10.48 Datos medios del Dibenzo (a,h) antraceno

Concentración	100,00	200,00	300,00	400,00	500,00	600,00
Concentración Calculada (Pcal)	104,033	186,366	319,336	384,969	506,425	598,871
Lobs	10261,721	17845,645	30093,846	36139,429	47327,087	55842,537
SL:	307,870	646,764	712,234	581,680	830,209	390,516
SL/√3: Urep	177,749	373,410	411,209	335,833	479,321	225,465
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,004	0,014	0,019	0,015	0,006	0,001

Tabla A 10.49 Datos medios del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

Concentración	50,00	100,00	150,00	200,00	250,00	300,00
Concentración Calculada (Pcal)	50,815	102,580	145,531	199,193	250,625	301,256
Lobs	14135,721	28803,721	40974,667	56180,291	70754,335	85101,128
SL:	2196,158	1724,721	1856,774	2318,135	2963,320	1536,968
SL/√3: Urep	1267,952	995,768	1072,009	1338,376	1710,874	887,369
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,001	0,003	0,004	0,001	0,001	0,001

Tabla A 10.50 Datos medios del Benzo (g,i,h) perileno

Concentración	100,00	200,00	300,00	400,00	500,00	600,00
Concentración Calculada (Pcal)	95,911	206,375	305,867	393,229	490,886	607,732
Lobs	12657,278	26495,088	38958,372	49902,213	62135,793	76773,025
SY:	3132,502	2759,978	3411,179	1557,281	1953,997	939,022
SY/√3: Urep	1808,551	1593,474	1969,445	899,097	1128,141	542,145
Resol/√3: Ures	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006	0,00006
F.Corrección:	0,004	0,006	0,006	0,007	0,009	0,008

**Anexo 11: RESULTADOS DE COEFICIENTES DE VARIACIÓN Y
PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN**

Tabla A 11.51 Resultados del Naftaleno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	426,0427	1019,665	1587,651	1997,757	2532,658	2936,226
DCMW:	10,9958	1849,685	1513,517	2229,520	527,308	417,507
DCMB:	1058,3607	1435,666	5508,087	3443,062	2446,914	1119,848
SL2:	349,1217	0,000	1331,523	404,514	639,869	234,114
Sr:	3,3160	43,008	38,904	47,218	22,963	20,433
SR:	18,9768	43,008	53,339	51,323	34,164	25,527
%CVR:	0,7783	4,218	2,450	2,364	0,907	0,696
%CVR:	4,4542	4,218	3,360	2,569	1,349	0,869
%R:	85,2085	101,967	105,843	99,888	101,306	97,874

Tabla A 11.52 Resultados del Acenafileno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	937,0203	2044,211	3033,732	4003,558	5029,742	5951,736
DCMW:	179,6088	494,569	773,570	324,403	3922,592	570,550
DCMB:	449,5587	388,254	169,597	4518,419	367,006	2924,545
SL2:	89,9833	0,000	0,000	1398,005	0,000	784,665
Sr:	13,4018	22,239	27,813	18,011	62,631	23,886
SR:	16,4193	22,239	27,813	41,502	62,631	36,813
%CVR:	1,4303	1,088	0,917	0,450	1,245	0,401
%CVR:	1,7523	1,088	0,917	1,037	1,245	0,619
%R:	93,7020	102,211	101,124	100,089	100,595	99,196

Tabla A 11.53 Resultados del Fluoreno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	94,3492	204,593	301,875	401,002	502,251	595,929
DCMW:	5,9542	4,377	7,727	3,483	11,538	19,864
DCMB:	33,6596	19,769	63,869	54,596	9,043	32,604
SL2:	9,2351	5,131	18,714	17,038	0,000	4,247
Sr:	2,4401	2,092	2,780	1,866	3,397	4,457
SR:	3,8973	3,083	5,142	4,530	3,397	4,910
%CVR:	2,5863	1,023	0,921	0,465	0,676	0,748
%CVR:	4,1308	1,507	1,703	1,130	0,676	0,824
%R:	94,3492	102,297	100,625	100,251	100,450	99,321

Tabla A 11.54 Resultados del Acenafteno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General	452,229	1035,951	1519,125	2011,984	2513,712	2967,000
:						
DCMW:	53,383	687,823	421,070	1146,118	936,187	3807,294
DCMB:	145,511	472,293	27,131	2322,835	936,037	279,568
SL2:	30,709	0,000	0,000	392,239	0,000	0,000
Sr:	7,306	26,226	20,520	33,854	30,597	61,703
SR:	9,170	26,226	20,520	39,222	30,597	61,703
%CVr:	1,616	2,532	1,351	1,683	1,217	2,080
%CVR:	2,028	2,532	1,351	1,949	1,217	2,080
%R:	90,446	103,595	101,275	100,599	100,548	98,900

Tabla A 11.55 Datos del Fenantreno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General	49,63445	100,763	150,448	198,509	250,412	300,23
:	3					3
DCMW:	2,249755	1,384	1,376	7,169	4,556	5,243
DCMB:	10,51715	15,092	13,590	44,718	5,903	9,522
:	3					
SL2:	2,755799	4,569	4,071	12,516	0,449	1,426
Sr:	1,499918	1,176	1,173	2,678	2,134	2,290
SR:	2,237310	2,440	2,334	4,437	2,237	2,583
%CVr:	3,021930	1,167	0,780	1,349	0,852	0,763
%CVR:	4,507574	2,421	1,551	2,235	0,893	0,860
%R:	99,26890	100,763	100,299	99,255	100,165	100,07
:	7					8

Tabla A 11.56 Datos del Antraceno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General	47,82748	102,070	150,186	200,301	251,420	298,195
:						
DCMW:	0,38869	1,012	3,480	4,190	0,753	12,559
DCMB:	5,06418	4,632	4,967	14,364	1,665	4,063
SL2:	1,55850	1,207	0,496	3,392	0,304	0,000
Sr:	0,62345	1,006	1,865	2,047	0,868	3,544
SR:	1,39542	1,490	1,994	2,753	1,028	3,544
%CVr:	1,30354	0,986	1,242	1,022	0,345	1,188
%CVR:	2,91760	1,459	1,328	1,375	0,409	1,188
%R:	95,65497	102,070	100,124	100,151	100,568	99,398

Tabla A 11.57 Datos del Fluoranteno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	96,7250	204,348	298,905	399,489	503,288	597,245
DCMW:	12,6370	17,011	12,350	90,613	93,801	96,859
DCMB:	44,3138	42,799	141,358	52,694	23,076	18,122
SL2:	10,5589	8,596	43,003	0,000	0,000	0,000
Sr:	3,5549	4,124	3,514	9,519	9,685	9,842
SR:	4,8162	5,060	7,440	9,519	9,685	9,842
%Cvr:	3,6752	2,018	1,176	2,383	1,924	1,648
%CVR:	4,9793	2,476	2,489	2,383	1,924	1,648
%R:	96,7250	102,174	99,635	99,872	100,658	99,541

Tabla A 11.58 Datos del Pireno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C5
Media General:	48,262730	102,633	151,874	195,517	251,499	300,215
DCMW:	0,132234	13,662	27,675	39,527	12,660	50,862
DCMB:	4,795204	10,143	99,237	81,588	24,310	8,638
SL2:	1,554323	0,000	23,854	14,020	3,883	0,000
Sr:	0,363640	3,696	5,261	6,287	3,558	7,132
SR:	1,298675	3,696	7,178	7,318	4,067	7,132
%Cvr:	0,753459	3,601	3,464	3,216	1,415	2,376
%CVR:	2,690845	3,601	4,727	3,743	1,617	2,376
%R:	96,525460	102,633	101,249	97,758	100,599	100,072

Tabla A 11.59 Datos del Criseno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	48,106046	103,627	149,126	197,691	252,204	299,247
DCMW:	1,127877	21,267	14,104	32,971	11,317	26,308
DCMB:	14,981665	12,917	19,347	36,023	1,487	14,056
SL2:	4,617930	0,000	1,747	1,017	0,000	0,000
Sr:	1,062015	4,612	3,756	5,742	3,364	5,129
SR:	2,397041	4,612	3,981	5,830	3,364	5,129
%Cvr:	2,207655	4,450	2,518	2,905	1,334	1,714
%CVR:	4,982827	4,450	2,670	2,949	1,334	1,714
%R:	96,212092	103,627	99,417	98,845	100,881	99,749

Tabla A 11.60 Datos del Benzo (a) antraceno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	48,820439	104,727	147,852	196,371	250,691	301,538
DCMW:	1,099995	10,585	15,340	31,741	47,630	22,781
DCMB:	12,799090	21,805	28,713	150,484	139,231	183,253
SL2:	3,899698	3,740	4,458	39,581	30,534	53,491
Sr:	1,048807	3,253	3,917	5,634	6,901	4,773
SR:	2,235999	3,785	4,450	8,445	8,841	8,733
%Cvr:	2,148294	3,107	2,649	2,869	2,753	1,583
%CVR:	4,580048	3,614	3,009	4,301	3,527	2,896
%R:	97,640879	104,727	98,568	98,186	100,276	100,513

Tabla A 11.61 Datos del Benzo (b) fluoranteno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	95,7993	205,259	301,745	395,963	502,805	598,428
DCMW:	16,4558	69,381	59,296	98,241	62,226	87,804
DCMB:	20,2148	44,811	123,623	132,121	9,900	8,313
SL2:	1,2530	0,000	21,442	11,293	0,000	0,000
Sr:	4,0566	8,330	7,700	9,912	7,888	9,370
SR:	4,2082	8,330	8,985	10,466	7,888	9,370
%Cvr:	4,2344	4,058	2,552	2,503	1,569	1,566
%CVR:	4,3927	4,058	2,978	2,643	1,569	1,566
%R:	95,7993	102,630	100,582	98,991	100,561	99,738

Tabla A 11.62 Datos del Benzo (k) fluoranteno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	49,86635031	101,594	150,008	197,450	249,369	301,713
DCMW:	1,930546969	23,872	11,680	15,051	50,282	49,602
DCMB:	4,308244158	5,608	17,379	18,109	17,970	21,210
SL2:	0,79256573	0,000	1,900	1,019	0,000	0,000
Sr:	1,389441243	4,886	3,418	3,880	7,091	7,043
SR:	1,650185656	4,886	3,685	4,009	7,091	7,043
%Cvr:	2,786330331	4,809	2,278	1,965	2,844	2,334
%CVR:	3,309216828	4,809	2,457	2,030	2,844	2,334
%R:	99,73270062	101,594	100,005	98,725	99,748	100,571

Tabla A 11.63 Datos del Benzo(a) pireno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	48,39437	101,318	151,283	200,422	248,061	300,521
DCMW:	0,74913	24,259	49,791	13,504	113,596	21,280
DCMB:	6,98634	8,211	44,923	66,735	15,528	30,656
SL2:	2,07907	0,000	0,000	17,744	0,000	3,125
Sr:	0,86552	4,925	7,056	3,675	10,658	4,613
SR:	1,68172	4,925	7,056	5,590	10,658	4,940
%CVr:	1,78848	4,861	4,664	1,834	4,297	1,535
%CVR:	3,47504	4,861	4,664	2,789	4,297	1,644
%R:	96,78874	101,318	100,856	100,211	99,224	100,174

Tabla A 11.64 Datos del Dibenzo(a,h)antraceno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	104,03149	186,351	319,396	384,929	506,394	598,899
DCMW:	6,50433	41,419	79,999	102,202	106,487	177,536
DCMB:	3,70819	38,169	165,999	120,764	57,075	36,532
SL2:	0,00000	0,000	28,667	6,188	0,000	0,000
Sr:	2,55036	6,436	8,944	10,109	10,319	13,324
SR:	2,55036	6,436	10,424	10,411	10,319	13,324
%CVr:	2,45153	3,454	2,800	2,626	2,038	2,225
%CVR:	2,45153	3,454	3,264	2,705	2,038	2,225
%R:	104,03149	93,175	106,465	96,232	101,279	99,817

Tabla A 11.65 Datos del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	50,79144	102,552	145,531	199,251	250,738	301,136
DCMW:	1,00261	9,688	35,281	76,291	7,323	55,732
DCMB:	5,48520	7,967	15,976	38,288	161,960	155,941
SL2:	1,49420	0,000	0,000	0,000	51,545	33,403
Sr:	1,00130	3,113	5,940	8,734	2,706	7,465
SR:	1,58013	3,113	5,940	8,734	7,673	9,441
%CVr:	1,97140	3,035	4,081	4,384	1,079	2,479
%CVR:	3,11101	3,035	4,081	4,384	3,060	3,135
%R:	101,58288	102,552	97,021	99,626	100,295	100,379

Tabla A 11.66 Datos medios del Benzo (g,i,h) perileno

Niveles	C1	C2	C3	C4	C5	C6
Media General :	95,837	206,346	306,1014	393,152	490,824	607,740
DCMW:	17,943	41,964	81,6885	94,865	303,385	355,362
DCMB:	29,979	3,325	221,5352	66,171	318,754	130,368
SL2:	4,012	0,000	46,6155	0,000	5,123	0,000
Sr:	4,236	6,478	9,0382	9,740	17,418	18,851
SR:	4,686	6,478	11,3271	9,740	17,564	18,851
%CVr:	4,420	3,139	2,9527	2,477	3,549	3,102
%CVR:	4,889	3,139	3,7005	2,477	3,579	3,102
%R:	95,837	103,173	102,0338	98,288	98,165	101,290

Anexo 12: DATOS PARA EL CÁLCULO DE LOS COEFICIENTES DE VARIACIÓN Y PORCENTAJE DE RECUPERACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE LA PRECISIÓN Y LA EXACTITUD

Tabla A 12.67Datos del nivel bajo del Naftaleno

ug/L	1				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :
					0,976685
1	0,97	0,97	0,98	0,99	DCMW: 0,000003
2	0,97	0,97	0,98	1,00	DCMB: 0,000476
3	0,98	0,96	0,96	1,00	SL ² : 0,000158
Valor medio:	0,97	0,97	0,97	1,00	Sr: 0,001653
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,012665

Tabla A 12.68 Datos del nivel medio del Naftaleno

ug/L	2				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :
					1,960434
1	1,91	1,94	2,00	1,96	DCMW: 0,000066
2	1,93	1,94	2,00	1,98	DCMB: 0,003834
3	1,92	1,94	2,00	1,98	SL ² : 0,001256
Valor medio:	1,922	1,941	2,003	1,976	Sr: 0,008131
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,036359

Tabla A 12.69 Datos del nivel alto del Naftaleno

ug/L	3				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :
					2,926933
1	2,89	2,85	2,93	2,95	DCMW: 0,000736
2	2,90	2,84	2,98	2,98	DCMB: 0,011622
3	2,92	2,86	2,99	3,03	SL ² : 0,003629
Valor medio:	2,90	2,85	2,97	2,99	Sr: 0,027135
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,066068

Tabla A 12.70 Datos del material de referencia certificado del Naftaleno

ug/L	2,01				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General : 1,479395
1	1,53	1,45			DCMW: 0,000209
2	1,50	1,44			DCMB: 0,006135
3	1,50	1,45			SL ² : 0,001975
Valor medio:	1,51	1,45			Sr: 0,014462
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2
					SR: 0,046738

Tabla A 12.71 Datos del nivel bajo del Acenaftileno

ug/L	2				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General : 2,097248
1	2,12	2,05	2,13	2,17	DCMW: 0,003015
2	2,11	2,05	2,15	2,14	DCMB: 0,005529
3	2,13	2,05	1,95	2,13	SL ² : 0,000838
Valor medio:	2,12	2,05	2,08	2,15	Sr: 0,054911
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,062075

Tabla A 12.72 Datos del nivel medio del Acenaftileno

ug/L	4				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General : 3,968927
1	3,87	3,94	4,02	3,97	DCMW: 0,001093
2	3,91	4,00	4,00	3,97	DCMB: 0,009932
3	3,90	3,94	4,07	4,03	SL ² : 0,002946
Valor medio:	3,89	3,96	4,03	3,99	Sr: 0,033054
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,063553

Tabla A 12.73 Datos del nivel alto del Acenaftileno

ug/L	6				
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General : 5,884739
1	5,85	5,78	5,85	5,92	DCMW: 0,001557
2	5,88	5,82	5,93	5,94	DCMB: 0,011023
3	5,90	5,82	5,98	5,96	SL ² : 0,003155
Valor medio:	5,88	5,80	5,92	5,94	Sr: 0,039462
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4
					SR: 0,068648

Tabla A 12.74 Datos del material de referencia certificado del Acenaftileno

ug/L		2,74					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	2,130054	
1	2,13	2,14			DCMW:	0,000075	
2	2,12	2,13			DCMB:	0,000401	
3	2,12	2,15			SL ² :	0,000109	
Valor medio:	2,12	2,14			Sr:	0,008634	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,013536

Tabla A 12.75 Datos del nivel bajo del Fluoreno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,206789	
1	0,21	0,20	0,21	0,21	DCMW:	0,000036	
2	0,21	0,20	0,21	0,21	DCMB:	0,000073	
3	0,21	0,20	0,19	0,21	SL ² :	0,000012	
Valor medio:	0,21	0,20	0,20	0,21	Sr:	0,006009	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006966

Tabla A 12.76 Datos del nivel medio del Fluoreno

ug/L		0,40					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,390600	
1	0,39	0,39	0,40	0,38	DCMW:	0,000016	
2	0,38	0,39	0,39	0,39	DCMB:	0,000085	
3	0,39	0,39	0,40	0,39	SL ² :	0,000023	
Valor medio:	0,39	0,39	0,40	0,39	Sr:	0,004012	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006253

Tabla A 12.77 Datos del nivel alto del Fluoreno

ug/L		0,60					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,587160	
1	0,59	0,58	0,58	0,59	DCMW:	0,000036	
2	0,59	0,58	0,59	0,59	DCMB:	0,000017	
3	0,59	0,60	0,59	0,58	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,59	0,58	0,59	0,59	Sr:	0,005989	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,005989

Tabla A 12.78 Datos del material de referencia certificado del Fluoreno

ug/L	9,79						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	9,050490	
1	9,00	9,09			DCMW:	0,001412	
2	9,09	9,06			DCMB:	0,001773	
3	9,01	9,05			SL ² :	0,000120	
Valor medio:	9,03	9,07			Sr:	0,037571	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,039141

Tabla A 12.79 Datos del nivel bajo del Acenafteno

ug/L	1						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	1,034050	
1	1,03	0,99	1,06	1,06	DCMW:	0,000996	
2	1,04	1,04	1,06	1,06	DCMB:	0,001317	
3	1,05	0,99	0,97	1,05	SL ² :	0,000107	
Valor medio:	1,04	1,01	1,03	1,06	Sr:	0,031565	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,033214

Tabla A 12.80 Datos del nivel medio del Acenafteno

ug/L	2						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	1,951008	
1	1,88	1,96	1,99	1,92	DCMW:	0,001045	
2	1,91	1,98	1,95	1,96	DCMB:	0,002544	
3	1,95	1,93	2,02	1,98	SL ² :	0,000500	
Valor medio:	1,91	1,96	1,98	1,95	Sr:	0,032325	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,039300

Tabla A 12.81 Datos del nivel alto del Acenafteno

ug/L	3						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	2,921893	
1	2,95	2,87	2,92	2,93	DCMW:	0,002243	
2	2,92	2,86	2,88	2,91	DCMB:	0,000431	
3	2,94	3,01	2,94	2,92	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	2,94	2,91	2,91	2,92	Sr:	0,047358	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,047358

Tabla A 12.82 Datos del material de referencia certificado del Acenafteño

ug/L		12,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	10,652565	
1	10,81	10,50			DCMW:	0,009818	
2	10,83	10,65			DCMB:	0,059093	
3	10,62	10,52			SL ² :	0,016425	
Valor medio:	10,75	10,55			Sr:	0,099086	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,161997

Tabla A 12.83 Datos del nivel bajo del Fenantreno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,101124	
1	0,10	0,10	0,11	0,10	DCMW:	0,000016	
2	0,10	0,09	0,11	0,10	DCMB:	0,000028	
3	0,10	0,10	0,09	0,10	SL ² :	0,000004	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,004012	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004496

Tabla A 12.84 Datos del nivel medio del Fenantreno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,194728	
1	0,19	0,19	0,20	0,19	DCMW:	0,000006	
2	0,19	0,19	0,20	0,19	DCMB:	0,000046	
3	0,19	0,20	0,20	0,20	SL ² :	0,000013	
Valor medio:	0,19	0,19	0,20	0,19	Sr:	0,002508	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004414

Tabla A 12.85 Datos del nivel alto del Fenantreno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,295018	
1	0,30	0,29	0,29	0,31	DCMW:	0,000022	
2	0,29	0,28	0,30	0,30	DCMB:	0,000229	
3	0,29	0,28	0,30	0,30	SL ² :	0,000069	
Valor medio:	0,29	0,28	0,30	0,30	Sr:	0,004737	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,009549

Tabla A 12.86 Datos del material de referencia certificado del Fenantreno

ug/L		4,01					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,979503	
1	3,97	3,97			DCMW:	0,000185	
2	3,97	4,00			DCMB:	0,001317	
3	3,96	4,01			SL ² :	0,000377	
Valor medio:	3,96	3,99			Sr:	0,013590	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,023708

Tabla A 12.87 Datos del nivel bajo del Antraceno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,101124	
1	0,10	0,10	0,11	0,10	DCMW:	0,000016	
2	0,10	0,09	0,11	0,10	DCMB:	0,000028	
3	0,10	0,10	0,09	0,10	SL ² :	0,000004	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,004012	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004496

Tabla A 12.88 Datos del nivel medio del Antraceno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,194728	
1	0,19	0,19	0,20	0,19	DCMW:	0,000006	
2	0,19	0,19	0,20	0,19	DCMB:	0,000046	
3	0,19	0,20	0,20	0,20	SL ² :	0,000013	
Valor medio:	0,19	0,19	0,20	0,19	Sr:	0,002508	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004414

Tabla A 12.89 Datos del nivel alto del Antraceno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,295018	
1	0,30	0,29	0,29	0,31	DCMW:	0,000022	
2	0,29	0,28	0,30	0,30	DCMB:	0,000229	
3	0,29	0,28	0,30	0,30	SL ² :	0,000069	
Valor medio:	0,29	0,28	0,30	0,30	Sr:	0,004737	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,009549

Tabla A 12.90 Datos del material de referencia certificado del Antraceno

ug/L		4,01					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,979503	
1	3,97	3,97			DCMW:	0,000185	
2	3,97	4,00			DCMB:	0,001317	
3	3,96	4,01			SL ² :	0,000377	
Valor medio:	3,96	3,99			Sr:	0,013590	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,023708

Tabla A 12.91 Datos del nivel bajo del Fluoranteno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,209306	
1	0,21	0,21	0,22	0,21	DCMW:	0,000056	
2	0,21	0,21	0,21	0,21	DCMB:	0,000018	
3	0,22	0,20	0,20	0,22	SL2:	0,000000	
Valor medio:	0,21	0,21	0,21	0,21	Sr:	0,007497	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007497

Tabla A 12.92 Datos del nivel medio del Fluoranteno

ug/L		0,40					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,400079	
1	0,38	0,39	0,42	0,40	DCMW:	0,000086	
2	0,39	0,39	0,40	0,40	DCMB:	0,000393	
3	0,41	0,39	0,43	0,40	SL2:	0,000102	
Valor medio:	0,39	0,39	0,42	0,40	Sr:	0,009260	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,013719

Tabla A 12.93 Datos del nivel alto del Fluoranteno

ug/L		0,60					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,596985	
1	0,58	0,60	0,61	0,60	DCMW:	0,000048	
2	0,59	0,59	0,60	0,61	DCMB:	0,000062	
3	0,59	0,60	0,59	0,59	SL2:	0,000005	
Valor medio:	0,59	0,60	0,60	0,60	Sr:	0,006916	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007253

Tabla A 12.94 Datos del material de referencia certificado del Fluoranteno

ug/L		4,25					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,998300	
1	3,98	4,01			DCMW:	0,000089	
2	4,00	4,00			DCMB:	0,000444	
3	3,99	4,00			SL ² :	0,000118	
Valor medio:	3,99	4,01			Sr:	0,009458	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,014412

Tabla A 12.95 Datos del nivel bajo del Pireno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,086100	
1	0,08	0,08	0,09	0,09	DCMW:	0,000006	
2	0,08	0,08	0,09	0,09	DCMB:	0,000030	
3	0,08	0,08	0,08	0,09	SL ² :	0,000008	
Valor medio:	0,08	0,08	0,09	0,09	Sr:	0,002399	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,003702

Tabla A 12.96 Datos del nivel medio del Pireno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,187321	
1	0,18	0,19	0,20	0,17	DCMW:	0,000042	
2	0,19	0,18	0,20	0,19	DCMB:	0,000118	
3	0,18	0,18	0,19	0,19	SL ² :	0,000025	
Valor medio:	0,18	0,19	0,20	0,18	Sr:	0,006493	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,008219

Tabla A 12.97 Datos del nivel alto del Pireno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,293263	
1	0,29	0,28	0,28	0,29	DCMW:	0,000130	
2	0,30	0,31	0,28	0,30	DCMB:	0,000080	
3	0,30	0,29	0,30	0,30	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,30	0,30	0,29	0,30	Sr:	0,011394	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,011394

Tabla A 12.98 Datos del material de referencia certificado del Pireno

ug/L	4,38				Media General :	4,286245	
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2					
1	4,27	4,30			DCMW:	0,000098	
2	4,29	4,29			DCMB:	0,000358	
3	4,27	4,30			SL ² :	0,000087	
Valor medio:	4,28	4,29			Sr:	0,009894	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,013589

Tabla A 12.99 Datos del nivel bajo del Criseno

ug/L	0,10				Media General :	0,100389	
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2			
1	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMW:	0,000012	
2	0,10	0,10	0,11	0,10	DCMB:	0,000019	
3	0,10	0,10	0,10	0,11	SL ² :	0,000002	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,003465	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,003799

Tabla A 12.100 Datos del nivel medio del Criseno

ug/L	0,20				Media General :	0,195524	
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2			
1	0,20	0,19	0,19	0,19	DCMW:	0,000021	
2	0,19	0,21	0,19	0,20	DCMB:	0,000067	
3	0,20	0,21	0,19	0,19	SL ² :	0,000015	
Valor medio:	0,20	0,20	0,19	0,19	Sr:	0,004584	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006041

Tabla A 12.101 Datos del nivel alto del Criseno

ug/L	0,30				Media General :	0,299859	
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2			
1	0,31	0,31	0,29	0,29	DCMW:	0,000030	
2	0,30	0,30	0,29	0,30	DCMB:	0,000266	
3	0,32	0,30	0,29	0,30	SL ² :	0,000079	
Valor medio:	0,31	0,31	0,29	0,30	Sr:	0,005466	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,010418

Tabla A 12.102 Datos del material de referencia certificado del Criseno

ug/L		4,25					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,666887	
1	3,66	3,66			DCMW:	0,000047	
2	3,66	3,67			DCMB:	0,000000	
3	3,68	3,67			SL ² :	0,000000	
Valor medio:	3,67	3,67			Sr:	0,006849	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,006849

Tabla A 12.103 Datos del nivel bajo del Benzo (a) antraceno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,102006	
1	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMW:	0,000010	
2	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMB:	0,000001	
3	0,10	0,11	0,10	0,10	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,003147	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,003147

Tabla A 12.104 Datos del nivel medio del Benzo (a) antraceno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,190557	
1	0,19	0,20	0,20	0,18	DCMW:	0,000014	
2	0,20	0,19	0,20	0,18	DCMB:	0,000133	
3	0,19	0,19	0,19	0,18	SL ² :	0,000039	
Valor medio:	0,19	0,19	0,20	0,18	Sr:	0,003791	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007339

Tabla A 12. 105 Datos del nivel alto del Benzo (a) antraceno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,284228	
1	0,27	0,29	0,28	0,29	DCMW:	0,000048	
2	0,29	0,28	0,29	0,28	DCMB:	0,000029	
3	0,28	0,30	0,29	0,28	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,28	0,29	0,28	0,28	Sr:	0,006953	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006953

Tabla A 12.106 Datos del material de referencia certificado del Benzo (a) antraceno

ug/L		2,36					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	1,855577	
1	1,86	1,85			DCMW:	0,000113	
2	1,86	1,86			DCMB:	0,000014	
3	1,84	1,86			SL ² :	0,000000	
Valor medio:	1,85	1,86			Sr:	0,010611	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,010611

Tabla A 12.107 Datos del nivel bajo del Benzo (b) fluoranteno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,207640	
1	0,21	0,20	0,21	0,21	DCMW:	0,000042	
2	0,21	0,20	0,22	0,21	DCMB:	0,000043	
3	0,21	0,20	0,19	0,20	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,21	0,20	0,21	0,21	Sr:	0,006494	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006514

Tabla A 12.108 Datos del nivel medio del Benzo (b) fluoranteno

ug/L		0,40					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,390303	
1	0,39	0,39	0,39	0,39	DCMW:	0,000021	
2	0,38	0,39	0,40	0,39	DCMB:	0,000020	
3	0,40	0,39	0,39	0,39	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,39	0,39	0,39	0,39	Sr:	0,004625	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004625

Tabla A 12.109 Datos del nivel alto del Benzo (b) fluoranteno

ug/L		0,60					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,581723	
1	0,59	0,58	0,57	0,58	DCMW:	0,000046	
2	0,58	0,58	0,57	0,58	DCMB:	0,000117	
3	0,59	0,58	0,59	0,58	SL ² :	0,000024	
Valor medio:	0,59	0,58	0,57	0,58	Sr:	0,006775	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,008350

Tabla A 12.110 Datos del material de referencia certificado Benzo (b) fluoranteno

ug/L		2,39					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	2,001190	
1	2,00	2,00			DCMW:	0,000026	
2	2,01	2,00			DCMB:	0,000066	
3	2,01	2,00			SL ² :	0,000013	
Valor medio:	2,00	2,00			Sr:	0,005144	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,006298

Tabla A 12.111 Datos del nivel bajo del Benzo (k) fluoranteno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,101391	
1	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMW:	0,000002	
2	0,10	0,10	0,10	0,11	DCMB:	0,000053	
3	0,10	0,10	0,11	0,11	SL ² :	0,000017	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,11	Sr:	0,001435	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,004351

Tabla A 12.112 Datos del nivel medio del Benzo (k) fluoranteno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,197588	
1	0,20	0,19	0,20	0,19	DCMW:	0,000035	
2	0,19	0,20	0,21	0,20	DCMB:	0,000125	
3	0,19	0,20	0,20	0,19	SL ² :	0,000030	
Valor medio:	0,19	0,19	0,21	0,20	Sr:	0,005911	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,008050

Tabla A 12.113 Datos del nivel alto del Benzo (k) fluoranteno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,285546	
1	0,28	0,28	0,29	0,27	DCMW:	0,000041	
2	0,28	0,28	0,29	0,29	DCMB:	0,000091	
3	0,29	0,28	0,30	0,29	SL ² :	0,000017	
Valor medio:	0,28	0,28	0,29	0,29	Sr:	0,006392	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007598

Tabla A 12.114 Datos del material de referencia certificado del Benzo (k) fluoranteno

ug/L		4,55					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	4,250757	
1	4,23	4,26			DCMW:	0,000139	
2	4,26	4,26			DCMB:	0,000061	
3	4,25	4,25			SL ² :	0,000000	
Valor medio:	4,25	4,25			Sr:	0,011803	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,011803

Tabla A 12.115 Datos del nivel bajo del Benzo (a) pireno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,101378	
1	0,09	0,10	0,11	0,10	DCMW:	0,000011	
2	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMB:	0,000012	
3	0,10	0,10	0,10	0,10	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,003322	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,003357

Tabla A 12.116 Datos del nivel medio del Benzo (a) pireno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,189986	
1	0,19	0,20	0,18	0,18	DCMW:	0,000042	
2	0,19	0,20	0,20	0,19	DCMB:	0,000085	
3	0,19	0,19	0,19	0,18	SL ² :	0,000014	
Valor medio:	0,19	0,20	0,19	0,18	Sr:	0,006512	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007525

Tabla A 12.117 Datos del nivel alto del Benzo (a) pireno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,288764	
1	0,30	0,28	0,27	0,28	DCMW:	0,000114	
2	0,30	0,31	0,28	0,27	DCMB:	0,000342	
3	0,30	0,31	0,29	0,28	SL ² :	0,000076	
Valor medio:	0,30	0,30	0,28	0,28	Sr:	0,010668	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,013779

Tabla A 12.118 Datos del material de referencia certificado del Benzo (a) pireno

ug/L	3,00						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,531879	
1	3,53	3,55			DCMW:	0,000045	
2	3,53	3,53			DCMB:	0,000062	
3	3,53	3,53			SL ² :	0,000005	
Valor medio:	3,53	3,54			Sr:	0,006745	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,007139

Tabla A 12.119 Datos del nivel bajo del Dibenzo (a,h) antraceno

ug/L	0,20						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,207230	
1	0,21	0,20	0,21	0,21	DCMW:	0,000011	
2	0,21	0,20	0,21	0,21	DCMB:	0,000134	
3	0,22	0,20	0,21	0,21	SL ² :	0,000041	
Valor medio:	0,21	0,20	0,21	0,21	Sr:	0,003281	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,007189

Tabla A 12.120 Datos del nivel medio del Dibenzo (a,h) antraceno

ug/L	0,40						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,407356	
1	0,41	0,44	0,39	0,42	DCMW:	0,000165	
2	0,39	0,41	0,40	0,39	DCMB:	0,000512	
3	0,40	0,43	0,41	0,39	SL ² :	0,000116	
Valor medio:	0,40	0,43	0,40	0,40	Sr:	0,012857	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,016758

Tabla A 12.121 Datos del nivel alto del Dibenzo (a,h) antraceno

ug/L	0,60						
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,618329	
1	0,66	0,63	0,61	0,58	DCMW:	0,000079	
2	0,64	0,62	0,60	0,60	DCMB:	0,002233	
3	0,65	0,64	0,60	0,59	SL ² :	0,000718	
Valor medio:	0,65	0,63	0,60	0,59	Sr:	0,008896	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,028230

Tabla A 12.122 Datos del material de referencia certificado del Dibenzo (a,h) antraceno

ug/L		1,40					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	1,333770	
1	1,34	1,34			DCMW:	0,000128	
2	1,34	1,31			DCMB:	0,000139	
3	1,34	1,33			SL ² :	0,000004	
Valor medio:	1,34	1,33			Sr:	0,011329	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,011491

Tabla A 12.123 Datos del nivel bajo del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

ug/L		0,10					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,098202	
1	0,10	0,10	0,09	0,09	DCMW:	0,000010	
2	0,10	0,10	0,10	0,10	DCMB:	0,000007	
3	0,10	0,10	0,10	0,10	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,10	0,10	0,10	0,10	Sr:	0,003173	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,003173

Tabla A 12.124 Datos del nivel medio del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,192481	
1	0,19	0,19	0,19	0,19	DCMW:	0,000020	
2	0,19	0,20	0,18	0,19	DCMB:	0,000080	
3	0,19	0,20	0,19	0,19	SL ² :	0,000020	
Valor medio:	0,19	0,20	0,19	0,19	Sr:	0,004427	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,006313

Tabla A 12.125 Datos del nivel alto del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

ug/L		0,30					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,286933	
1	0,28	0,28	0,27	0,30	DCMW:	0,000145	
2	0,29	0,28	0,30	0,27	DCMB:	0,000007	
3	0,30	0,29	0,30	0,29	SL ² :	0,000000	
Valor medio:	0,29	0,29	0,29	0,29	Sr:	0,012045	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,012045

Tabla A 12.126 Datos del material de referencia certificado del Indeno (1,2,3- c,d) pireno

ug/L		3,23					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2			Media General :	3,104921	
1	3,09	3,09			DCMW:	0,000274	
2	3,14	3,09			DCMB:	0,000666	
3	3,11	3,10			SL ² :	0,000131	
Valor medio:	3,12	3,09			Sr:	0,016558	
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	SR:	0,020119

Tabla A 12.127 Datos del nivel bajo del Benzo (g,i,h) perileno

ug/L		0,20					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,183020	
1	0,18	0,18	0,19	0,19	DCMW:	0,000034	
2	0,17	0,18	0,18	0,19	DCMB:	0,000146	
3	0,18	0,18	0,18	0,20	SL ² :	0,000037	
Valor medio:	0,18	0,18	0,18	0,19	Sr:	0,005798	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,008433

Tabla A 12.128 Datos del nivel medio del Benzo (g,i,h) perileno

ug/L		0,40					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,385108	
1	0,37	0,41	0,39	0,38	DCMW:	0,000105	
2	0,39	0,39	0,38	0,39	DCMB:	0,000289	
3	0,37	0,40	0,37	0,38	SL ² :	0,000062	
Valor medio:	0,38	0,40	0,38	0,38	Sr:	0,010225	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,012886

Tabla A 12.129 Datos del nivel alto del Benzo (g,i,h) perileno

ug/L		0,60					
test:	Día 1 Analista 1	Día 1 Analista 2	Día 2 Analista 1	Día 2 Analista 2	Media General :	0,582394	
1	0,57	0,62	0,55	0,56	DCMW:	0,000347	
2	0,60	0,62	0,59	0,54	DCMB:	0,001247	
3	0,60	0,58	0,58	0,58	SL ² :	0,000300	
Valor medio:	0,59	0,61	0,57	0,56	Sr:	0,018622	
número total de datos	12	número de datos por grupo	3	número de grupos	4	SR:	0,025431

Tabla A 12.130 Datos del material de referencia certificado del Benzo (g,i,h) perileno

ug/L	4,84					
test:	Día 1	Día 1			Media General :	4,340401
	Analista 1	Analista 2			DCMW:	0,000022
1	4,34	4,33			DCMB:	0,000166
2	4,35	4,33			SL²:	0,000048
3	4,34	4,34			Sr:	0,004696
Valor medio:	4,35	4,34			SR:	0,008374
número total de datos	6	número de datos por grupo	3	número de grupos	2	

Anexo 13: INFORME Y DECLARACIÓN DE VALIDACIÓN

CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL

CIA. LTDA



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Naftaleno		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro				Instrumental			
Pendiente (m)				53,547			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)				56,509			
Pendiente mínima (m min)				50,218			
Intersección L ₀				5083,513			
Intervalo de confianza de la intersección (L ₀)							
Intersección máxima (L ₀ max)				12135,154			
Intersección mínima (L ₀ min)				-2898,608			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión		Exactitud	Incertidumbre			
	Repetibilidad	Reproducibilidad					
(ug/L)	%CVr	%CVR	%R.	U (K=2)	%U (k=2)		
1,00	0,17	1,30	97,67	0,0050	0,50		
2,00	0,41	1,85	98,02	0,0025	0,25		
3,00	0,93	2,26	97,56	0,0017	0,17		
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,13 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,44 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,994		
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120					PRECISIÓN - REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
1,00	0,98	Entre	0,96	1,00	1,00	S _r (0.95) ≤	0,0017
2,00	1,96	Entre	1,91	2,00	2,00	S _r (0.95) ≤	0,0081
3,00	2,93	Entre	2,84	3,03	3,00	S _r (0.95) ≤	0,0271
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"	Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.		
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990	0,994	NA	Si	Ninguna		
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L	0,13	ug / L	Si	Ninguna		
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L	0,44	ug / L	Si	Ninguna		
Precisión Repetibilidad	%CVr: ≤ 5,0 %	0,93	%	Si	Ninguna		
Precisión Reproducibilidad	%CVR: ≤ 5,0 %	2,26	%	Si	Ninguna		
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles	0,50	%	Si	Ninguna		
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %	98,02	%	Si	Ninguna		
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0	0,5-3,0	ug / L	Si	Ninguna		

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Acenaftileno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			37,658			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			38,401			
Pendiente mínima (m min)			36,826			
Intersección L _o			5222,823			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			8742,294			
Intersección mínima (L _o min)			2607,390			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
2,00	2,62	2,96		104,86	0,0050	0,50
4,00	0,83	1,60		99,22	0,0025	0,25
6,00	0,67	1,17		98,08	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,02 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,999	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN - REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
2,00	2,10	Entre	1,95 2,17	2,00	S _r (0.95) ≤	0,0549
4,00	3,97	Entre	3,87 4,07	4,00	S _r (0.95) ≤	0,0331
6,00	5,88	Entre	5,78 5,98	6,00	S _r (0.95) ≤	0,0395
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥ 0,990		0,999	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,02	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr: ≤ 5,0 %		2,62	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR: ≤ 5,0 %		2,96	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,50	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		104,86	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		1,0-6,0	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Fluoreno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			197,222			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			202,200			
Pendiente mínima (m min)			189,430			
Intersección L _o			2644,964			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			5307,524			
Intersección mínima (L _o min)			1072,942			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,20	2,91	3,37		103,39	0,0051	0,51
0,40	1,03	1,60		97,65	0,0026	0,26
0,60	1,02	1,02		97,86	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,001 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,002 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,999	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,20	0,21	Entre	0,19	0,21	0,20	S _r (0.95) ≤ 0,0060
0,40	0,39	Entre	0,38	0,40	0,40	S _r (0.95) ≤ 0,0040
0,60	0,59	Entre	0,58	0,59	0,60	S _r (0.95) ≤ 0,0060
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,999	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,001	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,002	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		2,91	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		3,37	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		103,39	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,1-0,6	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Acenafteno		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro			Instrumental				
Pendiente (m)			28,249				
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)			29,418				
Pendiente mínima (m min)			27,111				
Intersección L _o			2387,048				
Intervalo de confianza de la intersección (L _o)							
Intersección máxima (L _o max)			4654,372				
Intersección mínima (L _o min)			-206,299				
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.			
1,00	3,05	3,21		103,40	0,0051	0,51	
2,00	1,66	2,01		97,55	0,0025	0,25	
3,00	1,62	1,62		97,40	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,09 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,31 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,997		
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
1,00	1,03	Entre	0,97	1,06	1,00	S _r (0.95) ≤	0,0316
2,00	1,95	Entre	1,88	1,99	2,00	S _r (0.95) ≤	0,0323
3,00	2,92	Entre	2,86	3,01	3,00	S _r (0.95) ≤	0,0474
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"			Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990			0,997	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L			0,09	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L			0,31	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %			3,05	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %			3,21	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles			0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %			103,40	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0			0,5-3,0	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Fenantreno.		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro			Instrumental				
Pendiente (m)			425,795				
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)			439,962				
Pendiente mínima (m min)			416,238				
Intersección L _o			2861,952				
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)							
Intersección máxima (L _o max)			5165,804				
Intersección mínima (L _o min)			-1119,712				
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.			
0,10	3,97	4,45		101,12	0,0050	0,50	
0,20	1,29	2,27		97,36	0,0025	0,25	
0,30	1,61	3,24		98,34	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,02 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,05 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,999		
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,09	0,11	0,10	S _r (0.95) ≤	0,0040
0,20	0,19	Entre	0,19	0,20	0,20	S _r (0.95) ≤	0,0025
0,30	0,30	Entre	0,28	0,31	0,30	S _r (0.95) ≤	0,0047
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"			Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990			0,999	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L			0,02	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L			0,05	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %			3,97	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %			4,45	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles			0,50	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %			101,12	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0			0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Antraceno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			569,786			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			583,579			
Pendiente mínima (m min)			553,493			
Intersección L _o			3346,296			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			6426,964			
Intersección mínima (L _o min)			299,677			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,10	2,68	2,93		104,21	0,0050	0,50
0,20	0,90	1,84		99,94	0,0025	0,25
0,30	0,76	1,53		99,27	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,002 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,999	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,10	0,11	0,10	S _r (0.95) ≤ 0,0028
0,20	0,20	Entre	0,20	0,21	0,20	S _r (0.95) ≤ 0,0018
0,30	0,30	Entre	0,29	0,30	0,30	S _r (0.95) ≤ 0,0023
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,999	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,002	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		2,68	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		2,93	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,50	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		104,21	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Fluoranteno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			137,310			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			145,354			
Pendiente mínima (m min)			131,636			
Intersección L _o			1585,106			
Intervalo de confianza de la intersección (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			3739,370			
Intersección mínima (L _o min)			-383,710			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,20	3,58	3,58		104,65	0,0051	0,51
0,40	2,31	3,43		100,02	0,0026	0,26
0,60	1,16	1,21		99,50	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,003 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,998	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,20	0,21	Entre	0,20	0,22	0,20	S _r (0.95) ≤ 0,0075
0,40	0,40	Entre	0,38	0,43	0,40	S _r (0.95) ≤ 0,0093
0,60	0,60	Entre	0,58	0,61	0,60	S _r (0.95) ≤ 0,0069
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,998	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,003	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		3,58	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		3,58	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		104,65	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,1-0,6	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Pireno		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro			Instrumental				
Pendiente (m)			131,758				
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)			137,491				
Pendiente mínima (m min)			123,188				
Intersección L _o			2890,552				
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)							
Intersección máxima (L _o max)			4827,360				
Intersección mínima (L _o min)			1303,276				
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.			
0,10	2,79	4,30		86,10	0,0050	0,50	
0,20	3,47	4,39		93,66	0,0025	0,25	
0,30	3,89	3,89		97,75	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,02 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,07 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,996		
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
0,10	0,09	Entre	0,08	0,09	0,10	S _r (0.95) ≤	0,0024
0,20	0,19	Entre	0,17	0,20	0,20	S _r (0.95) ≤	0,0065
0,30	0,29	Entre	0,28	0,31	0,30	S _r (0.95) ≤	0,0114
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"			Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990			0,996	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L			0,02	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L			0,07	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %			3,89	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %			4,39	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles			0,50	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %			97,75	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0			0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Criseno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			492,453			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			511,510			
Pendiente mínima (m min)			476,433			
Intersección L _o			1362,122			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			6312,501			
Intersección mínima (L _o min)			-4465,546			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,10	3,45	3,78		100,39	0,0051	0,51
0,20	2,34	3,09		97,76	0,0025	0,25
0,30	1,82	3,47		99,95	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,02 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,997	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,10	0,11	0,10	S _r (0.95) ≤ 0,0035
0,20	0,20	Entre	0,19	0,21	0,20	S _r (0.95) ≤ 0,0046
0,30	0,30	Entre	0,29	0,32	0,30	S _r (0.95) ≤ 0,0055
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,997	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,02	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		3,45	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		3,78	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		100,39	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Benzo (a) antraceno			Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro				Instrumental			
Pendiente (m)				295,477			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)				321,348			
Pendiente mínima (m min)				277,167			
Intersección L _o				706,625			
Intervalo de confianza de la intersección (L _o)							
Intersección máxima (L _o max)				4457,840			
Intersección mínima (L _o min)				-5145,171			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.			
0,10	3,08	3,08		102,01	0,0051	0,51	
0,20	1,99	3,85		95,28	0,0025	0,25	
0,30	2,45	2,45		94,74	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,04 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :		0,994	
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,10	0,11	0,10	Sr (0.95) ≤	0,0031
0,20	0,19	Entre	0,18	0,20	0,20	Sr (0.95) ≤	0,0038
0,30	0,28	Entre	0,27	0,30	0,30	Sr (0.95) ≤	0,0070
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"			Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990			0,994	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L			0,01	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L			0,04	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %			3,08	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %			3,85	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles			0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %			102,01	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0			0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Benzo (b) fluoranteno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			319,348			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			331,585			
Pendiente mínima (m min)			306,942			
Intersección L _o			3656,019			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			8406,789			
Intersección mínima (L _o min)			-1459,087			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,20	3,13	3,14		103,82	0,0051	0,51
0,40	1,18	1,18		97,58	0,0026	0,26
0,60	1,16	1,44		96,95	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,004 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,998	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,20	0,21	Entre	0,19 0,22	0,20	r (0.95) ≤	0,0065
0,40	0,39	Entre	0,38 0,40	0,40	r (0.95) ≤	0,0046
0,60	0,58	Entre	0,57 0,59	0,60	r (0.95) ≤	0,0068
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,998	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,004	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		3,13	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		3,14	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		103,82	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,1-0,6	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES							
NOMBRE:		Benzo (k) fluoranteno		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA							
Parámetro			Instrumental				
Pendiente (m)			208,923				
Intervalo de confianza de la pendiente (m)							
Pendiente máxima (m max)			218,079				
Pendiente mínima (m min)			198,223				
Intersección L _o			3529,749				
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)							
Intersección máxima (L _o max)			5589,148				
Intersección mínima (L _o min)			1292,177				
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE							
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.			
0,10	1,42	4,29		101,39	0,0050	0,50	
0,20	2,99	4,07		98,79	0,0025	0,25	
0,30	2,24	2,66		95,18	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,04ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO							
Aseguramiento de calidad de los resultados.							
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,997		
b) MUESTRAS							
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango			Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,10	0,11	0,10	S _r (0.95) ≤	0,0014
0,20	0,20	Entre	0,19	0,21	0,20	S _r (0.95) ≤	0,0059
0,30	0,29	Entre	0,27	0,30	0,30	S _r (0.95) ≤	0,0064
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN							
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.	
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,997	NA	Si	Ninguna	
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna	
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,04	ug/L	Si	Ninguna	
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		2,99	%	Si	Ninguna	
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		4,29	%	Si	Ninguna	
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,50	%	Si	Ninguna	
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		101,39	%	Si	Ninguna	
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna	

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Benzo (a) pireno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			204,688			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			214,889			
Pendiente mínima (m min)			191,015			
Intersección L _o			1404,44			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			3780,780			
Intersección mínima (L _o min)			-1268,207			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,10	3,28	3,31		101,38	0,0050	0,50
0,20	3,43	3,96		94,99	0,0025	0,25
0,30	3,69	4,77		96,25	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,04 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,996	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,09	0,11	0,10	S _r (0.95) ≤ 0,0033
0,20	0,19	Entre	0,18	0,20	0,20	S _r (0.95) ≤ 0,0065
0,30	0,29	Entre	0,27	0,31	0,30	S _r (0.95) ≤ 0,0107
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990			NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,04	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		3,69	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		4,77	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,50	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		101,38	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:		Dibenzo (a,h) antraceno		Fecha:		
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo				
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			92,113			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			96,718			
Pendiente mínima (m min)			86,189			
Intersección L _o			678,979			
Intervalo de confianza de la intersección (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			3019,718			
Intersección mínima (L _o min)			-1367,370			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión			Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad			U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR		%R.		
0,20	1,58	3,47		103,62	0,0052	0,52
0,40	3,16	4,11		101,84	0,0026	0,26
0,60	1,44	4,57		103,05	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:				0,01 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:				0,03 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN				R ² :	0,993	
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120				PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,20	0,21	Entre	0,20 0,22	0,20	r (0.95) ≤	0,0033
0,40	0,41	Entre	0,39 0,44	0,40	r (0.95) ≤	0,0129
0,60	0,62	Entre	0,58 0,66	0,60	r (0.95) ≤	0,0089
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"		Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990		0,993	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L		0,01	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L		0,03	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %		3,16	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %		4,11	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles		0,52	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %		103,62	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0		0,1-0,6	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES						
NOMBRE:	Indeno (1,2,3,c-d) pireno		Fecha:			
TIPO DE ENSAYO:	Cuantitativo					
FUNCIÓN RESPUESTA						
Parámetro			Instrumental			
Pendiente (m)			283,363			
Intervalo de confianza de la pendiente (m)						
Pendiente máxima (m max)			302,780			
Pendiente mínima (m min)			265,896			
Intersección L _o			-263,473			
Intervalo de confianza de la intercepción (L _o)						
Intersección máxima (L _o max)			4641,806			
Intersección mínima (L _o min)			-5299,317			
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE						
Nivel	Precisión		Exactitud	Incertidumbre		
	Repetibilidad	Reproducibilidad		U (K=2)	%U (k=2)	
(ug/L)	%CVr	%CVR	%R.			
0,10	3,23	3,23	98,20	0,0050	0,50	
0,20	2,30	3,28	96,24	0,0025	0,25	
0,30	4,20	4,20	95,64	0,0017	0,17	
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:			0,02 ug / L			
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:			0,08 ug / L			
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO						
Aseguramiento de calidad de los resultados.						
a) CURVA DE CALIBRACIÓN			R ² :	0,995		
b) MUESTRAS						
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120			PRECISIÓN – REPETIBILIDAD			
Nivel	Valor	Rango		Nivel	Valores	
0,10	0,10	Entre	0,09	0,10	S _r (0.95) ≤	0,0032
0,20	0,19	Entre	0,18	0,20	S _r (0.95) ≤	0,0044
0,30	0,29	Entre	0,27	0,30	S _r (0.95) ≤	0,0120
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN						
Parámetro	"Criterios de aceptación"	Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.	
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990	0,995	NA	Si	Ninguna	
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L	0,02	ug/L	Si	Ninguna	
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L	0,08	ug/L	Si	Ninguna	
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %	4,20	%	Si	Ninguna	
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %	4,20	%	Si	Ninguna	
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles	0,50	%	Si	Ninguna	
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %	98,20	%	Si	Ninguna	
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0	0,05-0,3	ug/L	Si	Ninguna	

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma

**CENTRO DE SOLUCIONES ANALÍTICAS CENTROCESAL
CIA. LTDA**



DATOS GENERALES					
NOMBRE:		Benzo (g,i,h) perileno		Fecha:	
TIPO DE ENSAYO:		Cuantitativo			
FUNCIÓN RESPUESTA					
Parámetro			Instrumental		
Pendiente (m)			125,270		
Intervalo de confianza de la pendiente (m)					
Pendiente máxima (m max)			133,947		
Pendiente mínima (m min)			113,349		
Intersección L _o			642,492		
Intervalo de confianza de la intersección (L _o)					
Intersección máxima (L _o max)			7501,252		
Intersección mínima (L _o min)			-4038,272		
PRECISIÓN, EXACTITUD E INCERTIDUMBRE					
Nivel	Precisión		Exactitud	Incertidumbre	
	Repetibilidad	Reproducibilidad		U (K=2)	%U (k=2)
(ug/L)	%CVr	%CVR	%R.		
0,20	3,17	4,61	91,51	0,0051	0,51
0,40	2,66	3,35	96,28	0,0026	0,26
0,60	3,20	4,37	97,07	0,0017	0,17
LÍMITE DE DETECCIÓN DEL MÉTODO:			0,08 ug / L		
LÍMITE DE CUANTIFICACIÓN DEL MÉTODO:			0,25 ug / L		
CRITERIOS DE ACEPTACIÓN Y RECHAZO					
Aseguramiento de calidad de los resultados.					
a) CURVA DE CALIBRACIÓN			R ² :	0,994	
b) MUESTRAS					
EXACTITUD: 70<Porcentaje de Recuperación<120			PRECISIÓN – REPETIBILIDAD		
Nivel	Valor	Rango	Nivel	Valores	
0,20	0,18	Entre 0,17 - 0,20	0,20	S _r (0.95) ≤	0,0058
0,40	0,39	Entre 0,37 - 0,41	0,40	S _r (0.95) ≤	0,0102
0,60	0,58	Entre 0,54 - 0,62	0,60	S _r (0.95) ≤	0,0186
RESUMEN DE LA VALIDACIÓN					
Parámetro	"Criterios de aceptación"	Resultado	Unidades	Cumple.	Observ.
Linealidad/ Función respuesta	Regresión lineal. Grado de ajuste r ² ≥0,990	0,994	NA	Si	Ninguna
Límite de Detección	0,001 - 0,13 ug / L	0,08	ug/L	Si	Ninguna
Límite de Cuantificación	0,002 - 0,44 ug / L	0,25	ug/L	Si	Ninguna
Precisión Repetibilidad	%CVr:≤ 5,0 %	3,20	%	Si	Ninguna
Precisión Reproducibilidad	%CVR:≤ 5,0 %	4,61	%	Si	Ninguna
Incertidumbre	%U(K=2) ≤ 35 % en todos los niveles	0,51	%	Si	Ninguna
Exactitud / Recuperación	70 - 120 %	97,07	%	Si	Ninguna
Intervalo de trabajo	0,05 - 6,0	0,1-0,6	ug/L	Si	Ninguna

CONCLUSIÓN: El presente método queda validado para su uso en el laboratorio por las personas calificadas para ello de acuerdo a las características que se detallan anteriormente.

Director Técnico: Germánico Silva

Centrocesal Cia. Ltda

Firma