



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO
PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO
MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**

Cindy María Bonilla Medina

Asesorado por el M.A. Ing. William Eduardo Fagiani Cruz
y la Inga. MSc. Ana Rufina Herrera Soto

Guatemala, octubre 2022

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO
PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO
MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

CINDY MARÍA BONILLA MEDINA

ASESORADO POR EL M.A. ING. WILLIAM EDUARDO FAGIANI CRUZ
Y LA MSC. INGA. ANA RUFINA HERRERA SOTO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, OCTUBRE 2022

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
VOCAL I	Ing. José Francisco Gómez Rivera
VOCAL II	Ing. Mario Renato Escobedo Martínez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Kevin Vladimir Armando Cruz Lorente
VOCAL V	Br. Fernando José Paz González
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

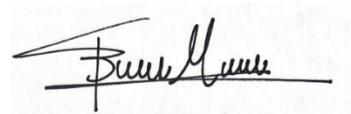
DECANA	Inga. Aurelia Anabela Cordova Estrada
EXAMINADOR	Ing. César Ariel Villela Rodas
EXAMINADOR	Ing. Jorge Rodolfo García Carrera
EXAMINADOR	Ing. Víctor Manuel Monzón Valdez
SECRETARIO	Ing. Hugo Humberto Rivera Pérez

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

**EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO
PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO
MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería de Ingeniería Química con fecha 12 de enero de 2021.



Cindy María Bonilla Medina

Guatemala 08 de julio de 2022

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Presente.

Estimado Ingeniero Williams:

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y aprobado el informe final del trabajo de graduación titulado: **“EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**, elaborado por el estudiante de Ingeniería Química, **Cindy María Bonilla Medina**, quien se identifica con el registro académico **2016-12434** y con el CUI No. **3636 60216 0101**.

Agradeciendo la atención a la presente, me suscribo de usted,

Atentamente,



**INGENIERO QUÍMICO
WILLIAM EDUARDO FAGIANI CRUZ
COL. 1734**

MA. Ing. William Eduardo Fagiani Cruz

Ingeniero Químico

Colegiado No. 1,734

Guatemala 08 de julio de 2022

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela Ingeniería Química
Presente.

Estimado Ingeniero Williams:

Por medio de la presente HAGO CONSTAR que he revisado y aprobado el informe final del trabajo de graduación titulado: **"EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**, elaborado por el estudiante de Ingeniería Química, **Cindy María Bonilla Medina**, quien se identifica con el registro académico **2016-12434** y con el CUI No. **3636 60216 0101**.

Agradeciendo la atención a la presente, me suscribo de usted,

Atentamente,

ANA RUFINA HERRERA SOTO
INGENIERA QUÍMICA
COL. 2151



MSc. Inga. Ana Rufina Herrera Soto

Ingeniera Químico

Colegiado No. 2,151



Guatemala, 16 de agosto de 2022.
Ref. EIQ.TG-IF.017.2022.

Ingeniero
Williams Guillermo Álvarez Mejía
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Álvarez:

Como consta en el registro de evaluación, correlativo **069-2020**, le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

INFORME FINAL

Solicitado por el estudiante universitario: **Cindy María Bonilla Medina**.
Identificado con número de carné: **3636602160101**.
Identificado con registro académico: **201612434**.
Previo a optar al título de la carrera: **Ingeniería Química**.
En la modalidad: **Informe Final, Seminario de Investigación**.

Siguiendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por:

William Eduardo Fagiani Cruz, profesional de la Ingeniería Química
Ana Rufina Herrera Soto, profesional de la Ingeniería Química

Habiendo encontrado el referido trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.

"ID Y ENSEÑAD A TODOS"


Cda. Ingrid Lorena Benítez P.
Química
Maestría Ciencia y Tecnología
P. Medio Ambiente
Colegiado No. 1974
Ingrid Lorena Benítez Pacheco
profesional de la Ingeniería Química
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación

C.c.: archivo



LNG.DIRECTOR.200.EIQ.2022

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor, el visto bueno del Coordinador de Área y aprobación del área de lingüística del trabajo de graduación titulado: **EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**, presentado por: **Cindy María Bonilla Medina**, procedo con el Aval del mismo, ya que cumple con los requisitos normados por la Facultad de Ingeniería.

“Id y Enseñad a Todos”



Mgtr. en Ing. Williams G. Mejía: M.U.I.E.
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, octubre de 2022.

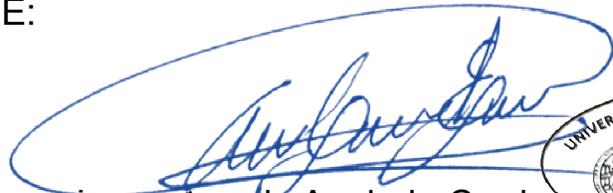


Decanato
Facultad de Ingeniería
24189101- 24189102
secretariadecanato@ingenieria.usac.edu.gt

LNG.DECANATO.OI.676.2022

La Decana de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **EVALUACIÓN DE LAS CARACTERÍSTICAS DE DESEMPEÑO DE UN MÉTODO ANALÍTICO PARA LA DETERMINACIÓN DE HIERRO TOTAL EN AGUA DE CONSUMO HUMANO MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA ULTRAVIOLETA**, presentado por: **Cindy María Bonilla Medina**, después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


ing. Aurelia Anabela Cordova Estrada 

Decana

Guatemala, octubre de 2022

AACE/gaoc

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por darme la vida, ser mi guía y soporte en todo momento.
Mis padres	Anabella Medina y Víctor Bonilla, por su amor, apoyo, comprensión y por ser mi inspiración para ser una mejor persona.
Mi hermana	Andrea Bonilla, por creer en mí y demostrarme que con esfuerzo y dedicación todo es posible.
Mi abuela	María Sarmiento, por su apoyo y cariño a lo largo de mi vida, por ser un ejemplo para seguir
Mi familia	Familia Bonilla; hermano, tíos, tías, primos, por su cariño incondicional y motivación.
Mis amigos	Cesia Mayorga, Fabiola Fernández, Sucely Aguirre y Luz Hernández, por los momentos compartidos, por su amistad y su apoyo verdadero.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	<i>Alma máter</i> , por brindarme la oportunidad de formarme como profesional.
Facultad de Ingeniería	Por darme los conocimientos necesarios para desenvolverme como ingeniera química.
Asesores	M.A. Ing. William Eduardo Fagiani Cruz y MSc. Inga. Ana Rufina Herrera Soto, por su apoyo, enseñanza y colaboración al asesorar este proyecto de investigación.

ÍNDICE GENERAL

LISTA DE SÍMBOLOS	VII
GLOSARIO	IX
RESUMEN.....	XI
OBJETIVOS.....	XIII
HIPÓTESIS.....	XV
INTRODUCCIÓN	XVII
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TEÓRICO.....	5
2.1. Agua potable	5
2.1.1. Norma sanitaria para la calidad del agua potable.....	5
2.1.2. Características químicas del agua potable	6
2.2. Hierro.....	6
2.2.1. Hierro en agua potable	7
2.3. Selección de métodos de ensayo.....	7
2.3.1. Métodos normalizados.....	7
2.3.2. Métodos no normalizados.....	8
2.3.3. Métodos desarrollados por el laboratorio.....	8
2.4. Validación	9
2.4.1. Pasos para la validación de métodos	10
2.5. Características de desempeño de los métodos.....	12
2.5.1. Linealidad	13
2.5.2. Límite de detección.....	13
2.5.3. Límite de cuantificación	13

2.5.4.	Exactitud.....	13
2.5.4.1.	Veracidad	14
2.5.4.1.1.	Sesgo.....	14
2.5.4.2.	Precisión.....	14
2.5.4.2.1.	Repetibilidad	15
2.5.4.2.2.	Reproducibilidad	15
2.5.4.2.3.	Precisión intermedia.....	15
2.5.5.	Incertidumbre de medida.....	15
2.6.	Espectrometría UV-visible.....	17
2.6.1.	Transmitancia.....	18
2.6.2.	Absorbancia	18
3.	DISEÑO METODOLÓGICO.....	19
3.1.	Variables	19
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	20
3.3.	Recursos humanos disponibles	21
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	21
3.4.1.	Equipo	21
3.4.2.	Cristalería	21
3.4.3.	Reactivos.....	22
3.5.	Técnica cuantitativa.....	22
3.5.1.	Determinación de la concentración de hierro total ..	22
3.5.2.	Determinación del límite de detección y cuantificación del método analítico.....	23
3.5.3.	Determinación del rango lineal	23
3.5.4.	Determinación del intervalo de trabajo	24
3.5.5.	Determinación de la veracidad del método analito.....	24
3.5.6.	Determinación de repetibilidad	24

3.5.7.	Determinación de precisión intermedia.....	24
3.6.	Información recolectada	25
3.7.	Tabulación y ordenamiento de la información	32
3.8.	Análisis estadístico	39
4.	RESULTADOS	41
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	43
	CONCLUSIONES	47
	RECOMENDACIONES	49
	BIBLIOGRAFÍA.....	51
	APÉNDICES	55

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Características químicas que debes tener el agua para consumo humano	6
2.	Procedimiento para la validación de métodos analíticos.....	12
3.	Relaciones entre algunos conceptos fundamentales utilizados para describir la calidad de los resultados de medición	16
4.	Espectro electromagnético.....	17
5.	Identificación del rango lineal aproximado	34
6.	Residuales	35

TABLAS

I.	Variables	19
II.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del límite de detección y cuantificación	25
III.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del rango lineal	26
IV.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del intervalo de trabajo	27
V.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la veracidad	28
VI.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la repetibilidad	29

VII.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la precisión intermedia, analista 1	30
VIII.	Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la precisión intermedia, analista 2	31
IX.	Determinación del límite de detección y cuantificación	32
X.	Determinación del rango lineal aproximado	33
XI.	Determinación del intervalo de trabajo	35
XII.	Determinación de la veracidad	36
XIII.	Determinación de la repetibilidad	37
XIV.	Determinación de la precisión intermedia	38
XV.	Criterio de aceptación de hipótesis nula	39
XVI.	Análisis de varianza de las muestras blanco utilizadas para la determinación de LOD y LOQ	39
XVII.	Análisis de varianza de la veracidad calculada para los destinos MR	40
XVIII.	Características de desempeño del método analítico	41
XIX.	Criterios de aceptación de las características de desempeño	42

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
CV	Coeficiente de variación
σ	Desviación estándar en función de una muestra
S_o	Desviación estándar estimada de m resultados individuales en o cerca de concentración cero.
S'_o	Desviación estándar para calcular LOD/LOQ
LOQ	Límite de cuantificación
LOD	Límite de detección
LMA	Límite máximo aceptable
LMP	Límite máximo permisible
L	Litro
MR	Material de referencia
\bar{x}	Media aritmética
mg	Miligramo
ml	Mililitro
b	Veracidad

GLOSARIO

Analito	Componente de interés en una muestra que se desea analizar.
Material de referencia	Material empleado como valor de referencia.
Material fortificado	Material en la que el analito ha sido adicionado a valores conocidos.
Mensurado	Cantidad que se somete a una medición con el fin de una comparación con una referencia.
Muestra blanco	Matriz que no contiene cantidades detectables de analito.
pH	Variable que indica el grado de acidez de una sustancia.

RESUMEN

El objetivo de este proyecto es evaluar las características de desempeño de un método analítico para la determinación de hierro total en agua para consumo humano mediante espectrofotometría ultravioleta. Además, se buscaba la aceptabilidad de estos para determinar si el método es útil y confiable en su aplicación prevista.

Para evaluar las características de desempeño se realizó el análisis de medidas replicadas de muestras blanco (matrices que no contienen cantidades detectables de analito) y muestras de referencia, según las condiciones establecidas en cada una de ellas.

El estudio demostró que el método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría es suficientemente exacto, repetible y preciso bajo las condiciones de trabajo establecidas. Por lo que se infiere que el mismo es apto para su uso previsto. Además, se infiere que el intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable es 0,036 – 3,00 mg Fe/L. El límite de detección y cuantificación del método es de 0.036 mg Fe/L y 0,120 mg Fe/de hierro total, respectivamente.

OBJETIVOS

General

Evaluar las características de desempeño de un método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría para determinar si es posible validarlo.

Específicos

1. Estimar el intervalo de trabajo, límite de detección y de cuantificación de un método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante un análisis gráfico
2. Estimar la exactitud de un método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría mediante la veracidad, repetibilidad y precisión intermedia del mismo.
3. Evaluar la aceptabilidad de las características de desempeño de un método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría para inferir si el mismo es apto para su uso previsto.

HIPÓTESIS

El método analítico para la determinación de hierro total en agua para consumo humano mediante espectrofotometría ultravioleta aplicado en un laboratorio de ensayos genera resultados confiables y válidos para ser utilizado en su aplicación prevista.

- Hipótesis nula:
 - Ho1: El origen de las muestras blanco no provoca un cambio en la determinación del límite de detección y cuantificación el método analítico.
 - Ho2: El origen de las muestras de referencia no provoca un cambio en la estimación de la veracidad del método analítico.

- Hipótesis alternativa:
 - Ho1: El origen de las muestras blanco provoca un cambio en la determinación del límite de detección y cuantificación el método analítico
 - Ho2: El origen de las muestras de referencia provoca un cambio en la estimación de la veracidad del método analítico.

INTRODUCCIÓN

Un tema que preocupa tanto a países desarrollados como no desarrollados es la calidad del agua potable, debido a su repercusión en la salud de pública. Los agentes infecciosos, productos químicos y contaminación radiológica son factores de riesgo.

Los análisis de contaminantes químicos en el agua son de suma importancia debido a los diversos efectos que producen a largo plazo las sustancias químicas. Los contaminantes químicos presentes en el agua pueden partir de los suelos (hierro, plomo, mercurio), contaminación proveniente de las actividades industriales y las prácticas agrícolas.

La OMS establece que cuando el hierro total se encuentra en una concentración mayor a 0,3 mg/L en el agua para consumo humano, el gusto y apariencia del agua pueden verse afectados. A partir de un análisis de laboratorio se puede determinar la cantidad de hierro total presente en el agua potable.

La calidad de los resultados obtenidos por el laboratorio depende de diversos factores, entre ellos los humanos, equipos, trazabilidad de las medidas, calibración y validación de métodos. Para asegurar la confiabilidad de los resultados, los métodos analíticos deben someterse a un proceso de validación.

La validación es la confirmación de que el método cumple con requisitos particulares para su uso previsto. Se logra a partir de la experimentación, evaluación de características de desempeño y documentación de resultados.

Entre las características de desempeño que se puede analizar están la precisión, exactitud, linealidad, robustez, límite de detección y cuantificación, entre otros.

La espectrofotometría ultravioleta es un método analítico utilizado para determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en la capacidad que tienen las moléculas de absorber radiaciones que se encuentran dentro del espectro UV-visible, así mismo que la cantidad de luz absorbida es directamente proporcional a concentración del componente.

El objetivo de este proyecto es evaluar las características de desempeño de un método analítico para la determinación de hierro total en agua para consumo humano mediante espectrofotometría ultravioleta, así como evaluar la aceptabilidad de estos para determinar si el método es útil y confiable para su aplicación prevista, es decir validar el método.

1. ANTECEDENTES

Los análisis realizados al agua para garantizar que es idónea para el consumo humano contestan de la medición parámetros a partir de métodos que requieren ser validados por los laboratorios delegados. Entre los estudios relevantes de validaciones de distintos métodos cabe mencionar los siguientes:

En la Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, Managua se llevó a cabo el estudio *Validación y estimación de incertidumbre de un método analítico para cuantificar hierro total por el método colorimétrico de la fenantrolina en agua potable y natural*.

El objetivo del estudio fue a validar y estimar la incertidumbre de una metodología para determinar hierro total en agua potable y natural, esto con fin que el Laboratorio de Aguas Naturales demostrara que el método analítico proporciona resultados fiables. La evaluación del método se llevó a cabo tomando en cuenta los criterios de linealidad, rango de trabajo, límite de detección, límite de cuantificación instrumental, exactitud, precisión intermedia, y como criterio fuera de la validación, la estimación de la incertidumbre del método, mediante el desarrollo de cálculos estadísticos. El estudio demostró que el procedimiento para la determinación de hierro total por el método colorimétrico de la fenantrolina en agua potable y natural (3500-Fe.B) fue exacto, preciso, lineal y repetible para su verificación por otros analistas bajo las condiciones de trabajo del Laboratorio de Aguas Naturales. La incertidumbre del método determinada por la regresión lineal y GUM fue de $\pm 0,03$ mg/L para una concentración de 0,48 mg/L de Hierro Total.¹

En el Servicio Nacional de Aprendizaje – SENA se llevó a cabo el estudio *Validación de un método analítico para la determinación de aluminio residual en agua potable mediante espectrofotometría visible*.

¹HERRERA, Jonathan. *Validación y estimación de incertidumbre de un método analítico para cuantificar hierro total por el método colorimétrico de la fenantrolina en agua potable y natural*. p. 154.

El objetivo del estudio fue validar un método para la determinar aluminio residual en agua potable, mediante espectrofotometría visible. Los resultados obtenidos fueron, para el intervalo de trabajo de 0,03 - 0,3 mg Al³⁺/L, asimismo, el límite de detección del método fue de 0,017 mg Al³⁺/L. La precisión del método fue evaluada como repetibilidad y reproducibilidad, expresado como coeficiente de variación, los cuales se encuentran dentro del rango aceptable. La exactitud del método, expresada como porcentaje de error fue < 10 %. Los parámetros de validación obtenidos experimentalmente se encontraron dentro de los establecidos para una validación. El estudio demostró que el método es adecuado para su aplicación en el control de calidad de agua potable, de acuerdo a las condiciones particulares y requerimientos establecidos por la norma NTC/ISO/ IEC 17025:2005.²

En la Universidad de Costa Rica se llevó a cabo el estudio *Desarrollo y validación de un método voltamperométrico para determinar estaño total en agua.*

El objetivo del estudio fue desarrollar y validar un método analítico para determinar estaño total en agua. Se determinó que el método propuesto cuenta con un límite de detección de 0,03 µg/L y un límite de cuantificación de 0.1 µg/L, con una sensibilidad de 24 nA/(µg/L), y un ámbito lineal entre 0.1 y 20 µg/L. Los porcentajes de recuperación fue de 109% y 113 % para 0,50, 2,00 y 10,02 µg/L de estaño en agua, con un coeficiente de variación de 7,5, 4,8 y 6,9 %, respectivamente. El estudio demostró que el método desarrollado emite resultados confiables bajo los parámetros establecidos.³

En la Escuela Politécnica Nacional, de Quito, Ecuador se llevó a cabo el estudio *Validación de métodos analíticos para la determinación de alcalinidad, dureza, hidrocarburos totales de petróleo (THP) y fósforo en aguas residuales, en el Laboratorio de Eismaster CIA LTDA.*

El objetivo de dicho estudio fue validar métodos para la determinación de: alcalinidad, dureza, fósforo e hidrocarburos totales de petróleo en aguas residuales. Los valores de las características de desempeño del método para la determinación de alcalinidad en el rango de 50 a 200 mg/L fueron, para la incertidumbre ≤ 5 %, límite de detección de 48,02 mg/L, coeficiente de correlación de linealidad de 0,9960 siendo la ecuación $y = 0,0153x - 0,0115$. La recuperación en un rango del 90 al 110 %. Los valores de las características de desempeño del método para la determinación de dureza en el rango de 60 a 495 mg/L fueron, para la incertidumbre ≤ 5 %, límite de detección de 8 mg/L, coeficiente de correlación de linealidad de

² BURGOS GALEANO, Carlos; ESTRADA PALENCIA, Paula. *Validación de un método analítico para la determinación de aluminio residual en agua potable mediante espectrofotometría visible.* p. 56.

³ ESPINOZA CASTELLÓN, Erick; ALVARADO GÁMEZ, Ana. *Desarrollo y validación de un método voltamperométrico para determinar estaño total en agua.* p. 63.

0,9996 siendo la ecuación $y = 0,097 x$. La recuperación en un rango del 90 al 110 %. Los valores de las características de despeño del método para la determinación de fosforo en el rango de 0,50 a 2,00 mg/L fueron para la incertidumbre $\leq 14\%$, límite de detección de 0,11 mg/L, coeficiente de correlación de linealidad de 0,9988 siendo la ecuación $y = 0,5019 x - 0,0164$. La recuperación en un rango del 95 al 115 %. Los valores de las características de despeño del método para la determinación de hidrocarburos totales de petróleo en el rango de 20 a 125 mg/L fueron, para la incertidumbre $\leq 24 \%$, límite de detección de 2,07 mg/L, coeficiente de correlación de linealidad de 0,9996 siendo la ecuación $y = 0,0023 x - 0,0062$. La recuperación en un rango del 90 al 100 %. El estudio demostró que los métodos cumplen con los criterios de aceptación y se comprobó que los métodos emiten resultados confiables.⁴

⁴ BRIONES TORRES, Mayra Alejandra. *Validación de métodos analíticos para la determinación de alcalinidad, dureza, hidrocarburos totales de petróleo (TPH) y fósforo, en aguas residuales, en el Laboratorio de Eismaster Cia Ltda.* p. 1.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Agua potable

“Es aquella que es apta para el consumo humano, no representa riesgos para la salud, por sus características organolépticas, físicas, químicas y bacteriológicas, ya que estas cumplen con los límites establecidos en normas sanitarias nacionales o internacionales”.⁵

2.1.1. Norma sanitaria para la calidad del agua potable

En Guatemala, la norma sanitaria para la calidad del agua potable es la COGUANOR NTG 29001. Su objetivo es “establecer los valores de las características que definen el agua apta para consumo humano, es decir aquellas que representan riesgo para la salud o problemas en los sistemas de distribución o almacenamiento del líquido”.⁶

Los entes responsables del abastecimiento de agua están sujetos al cumplimiento por esta norma. Cuando el agua no cumple con los requisitos establecidos por la norma, es responsabilidad de los entes aplicar el tratamiento correspondiente para convertirla apta en para uso previsto.

⁵ GUIX BAQUIAX, Ana Lucia. *Determinación de los parámetros fisicoquímicos y microbiológicos del agua de distribución municipal en el municipio de Patzité del departamento de El Quiché*. p. 6.

⁶ Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG 29001: Agua para consumo humano (agua potable). Especificaciones*. p. 4.

2.1.2. Características químicas del agua potable

Estas son las características debidas a elementos o compuestos químicos. Estos pueden tener origen natural o industrial y pueden causar efectos nocivos o no nocivos para la salud dependiendo de su composición y concentración.

Figura 1. **Características químicas que debes tener el agua para consumo humano**

Características	LMA (mg/L)	LMP (mg/L)
Cloro residual libre ^(a)	0,5	1,0
Cloruro (Cl ⁻)	100,0	250,0
Dureza Total (CaCO ₃)	100,0	500,0
Sulfato (SO ₄ ⁻)	100,0	250,0
Aluminio (Al)	0,050	0,100
Calcio (Ca)	75,0	150,0
Cinc (Zn)	3,0	70,0
Cobre (Cu)	0,050	1,500
Magnesio (Mg)	50,0	100,0
Manganeso total (Mn)	0,1	0,4
Hierro total (Fe) ^(b)	0,3	----

a) El Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social será el ente encargado de indicar los límites mínimos y máximos de cloro residual libre según sea necesario o en caso de emergencia.
b) No se incluye el LMP porque la OMS establece que no es un riesgo para la salud del consumidor a las concentraciones normales en el agua para consumo humano, sin embargo el gusto y apariencia del agua pueden verse afectados a concentraciones superiores al LMA.

Fuente: Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG 29001: Agua para consumo humano (agua potable). Especificaciones.* p. 7.

2.2. Hierro

Es un elemento que se encuentra presente prácticamente en todo el planeta tierra, en verduras, frutas y principalmente en el suelo y rocas.

2.2.1. Hierro en agua potable

En el agua, el hierro se presenta en distintas formas. A un pH entre 4,5 y 9, condiciones habituales, el hierro soluble presente se encuentra en estado ferroso. Si el medio es reductor, el hierro ferroso puede lograr niveles altos de concentración. A pH inferiores a 4 y en ausencia de complejos, el hierro férrico no es soluble, en estas condiciones se puede diferenciar el hierro disuelto y el hierro en estado ferroso. Al añadir oxidantes al agua o bajo la acción del aire, el hierro ferroso se oxida al estado férrico y se hidroliza formando óxido férrico hidratado insoluble.⁷

La OMS establece que no es un riesgo para la salud del consumidor el hierro a las concentraciones normales en el agua para consumo humano, sin embargo, el gusto y apariencia del agua pueden verse afectados a concentraciones superiores al LMA. Asimismo, “puede causar manchas rojizas-café en la ropa, platos, lavaplatos, accesorios de plomería, entre otros”⁸. Según la norma COGUANOR NTG 29001, el LMA para el hierro total es de 0,3 mg/L.

2.3. Selección de métodos de ensayo

El laboratorio es responsable de seleccionar y usar métodos adecuados según el alcance requerido. Estos métodos pueden ser no normalizados o desarrollados por el propio laboratorio.

2.3.1. Métodos normalizados

“Son los métodos analíticos desarrollados por un organismo de normalización u otro organismo reconocido como ISO, ASTM, entre otros. Los métodos son aceptados por el sector técnico correspondiente”.⁹

⁷ HERRERA, Jonathan. *Validación y estimación de incertidumbre de un método analítico para cuantificar hierro total por el método colorimétrico de la fenantrolina en agua potable y natural.* p. 155.

⁸ DOZIER, Monty; MCFARLAND, Mark. *Problemas del agua potable: El hierro y el manganeso.* p. 1.

⁹ ARRIOLA, Lucrecia. *Validación de métodos analíticos, fisicoquímicos y microbiológicos.* p. 11.

El laboratorio que utilice un método normalizado debe asegurar que puede llevar a cabo apropiadamente el método, así como verificar el cumplimiento de los parámetros definidos por el organismo que lo desarrolló. Esto para asegurar que se logra el desempeño requerido. Se deben guardar registros de la verificación.

2.3.2. Métodos no normalizados

“Son los métodos analíticos desarrollados por un tercero o que han sido adaptados por el laboratorio a partir de un método normalizado”.¹⁰

Los métodos no normalizados deben estar validados para iniciar a utilizarlos. Al momento de realizar modificaciones, se debe determinar la repercusión de los cambios a la calidad de los resultados. Cuando estos afecten a la validación inicial, se debe realiza una revalidación del método.

2.3.3. Métodos desarrollados por el laboratorio

“Son métodos analíticos que no han sido desarrollados por un organismo de normalización, ni en publicaciones de terceros. Estos son desarrollados por el propio laboratorio”.¹¹

El laboratorio debe demostrar que cuentan con un plan para la ejecución del método, este debe de contener la evaluación su capacidad en cuanto a personal, equipo y otros recursos que le permitan desarrollar el método. Así mismo estos deben estar validados, documentados y autorizados antes de iniciar a utilizarlos.

¹⁰ ARRIOLA, Lucrecia. *Validación de métodos analíticos, fisicoquímicos y microbiológicos*. p. 12.

¹¹ *Ibid.* p. 13.

2.4. Validación

La validación es el proceso, mediante el cual, se confirma que las características de desempeño de un método analítico cumplen con requisitos particulares para su uso previsto.

Es un paso de relevancia para asegurar que los resultados entregados por un método son confiables. Lo que busca un laboratorio al realizar una validación es poder determinar con fundamento estadístico que el método es apto para los fines establecidos.

El inciso 5.4.5.2 de la Norma ISO/IEC 17025 se establece que un laboratorio debe validar:

- Métodos no normalizados.
- Métodos diseñados/desarrollados por el laboratorio.
- Métodos normalizados usados fuera de su ámbito de aplicación.
- Ampliaciones o modificaciones de métodos normalizados.

La norma ISO/IEC17025 establece que el laboratorio debe conservar registros de validación que incluya al menos la siguiente información:

- El procedimiento de validación a utilizar.
- La especificación de los requisitos.
- La determinación de las características de desempeño del método.
- Los resultados obtenidos.
- Una declaración de la validez del método, detallando su aptitud para el uso previsto.

2.4.1. Pasos para la validación de métodos

Para la validación de métodos analíticos se recomienda realizar los siguientes pasos:

- Establecer plan de validación: El plan de validación es un documento que se realiza con el fin de definir las características de desempeño necesario, así como el diseño experimental a desarrollar con base a los requerimientos del método. Este debe incluir, pero no limitarse a:
 - Alcance de la validación.
 - Diseño experimental.
 - Reactivos, cristalería y equipos necesarios para llevar a cabo la Validación.
 - Analista responsable de la validación.
 - Cronograma de las actividades a realizar.
- Desarrollar pruebas de características de desempeño: para realizar las pruebas experimentales, se debe de asegurar que el analista responsable de la validación conozca el procedimiento de método de ensayo, así como el número de mediciones a realizar. Los resultados obtenidos en cada prueba deben ser debidamente registrados y almacenados.
- Evaluar resultados de la validación: se evalúa cada resultado de las características de desempeño del método para determinar si estos son satisfactorios y si cumplen con los criterios de aceptabilidad para considerar si el método aceptable para su uso previsto.
- Informe de validación: mediante el procedimiento documentado, se realiza la validación formal de la versión final del método seleccionado. Este debe de contener los resultados obtenidos y las conclusiones.¹²

Este informe debe ser revisado por una tercera persona que esté debidamente calificado y que cuente con los conocimientos en el área y no estar involucrado en el proceso de validación. Esta revisión debe de establecer si el método cumple con los criterios de aceptabilidad para considerar si el método aceptable para su fin previsto.

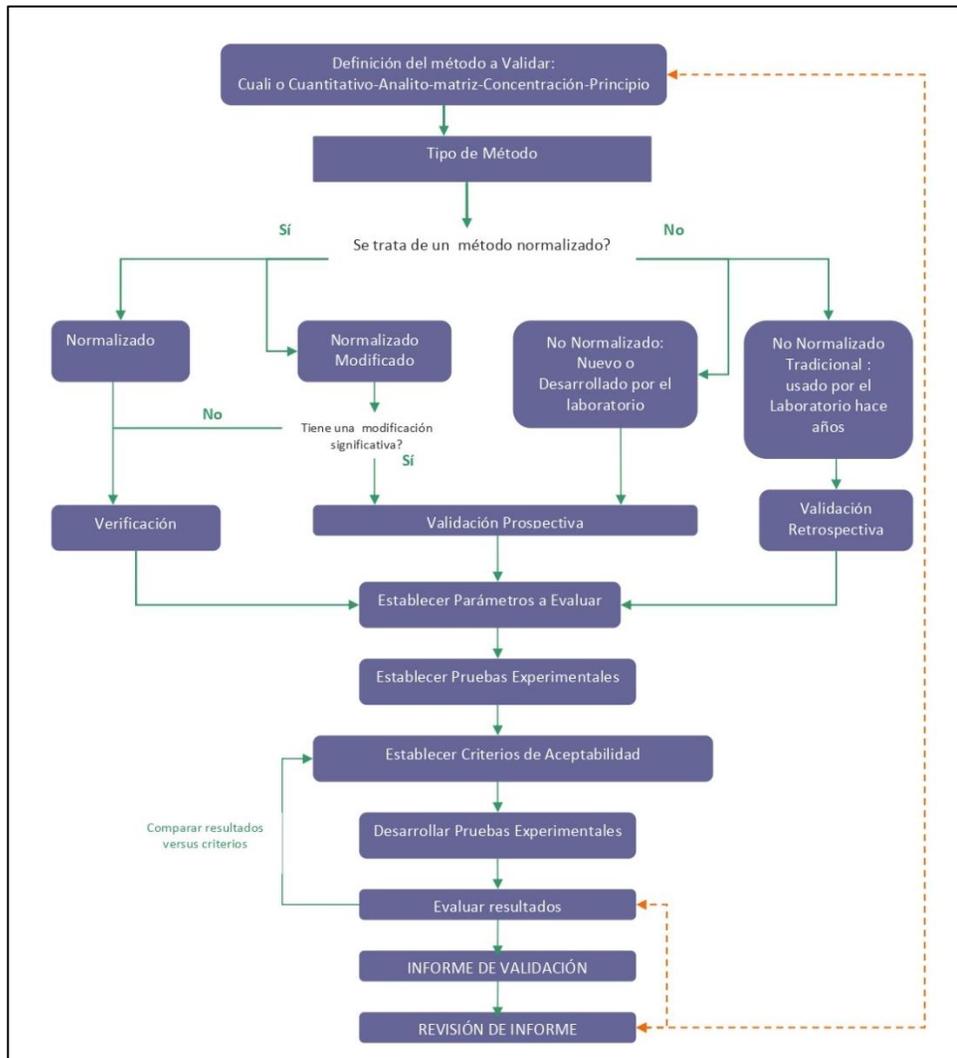
¹² Instituto de Salud Pública de Chile. *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos.* p. 70.

Un modelo sencillo que combine el plan e informe de validación debe incluir, pero no limitarse a:

- “Titulo
- Planificación
- Características de desempeño
- Resumen”¹³

¹³ Eurolab España. *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados.* p. 14.

Figura 2. **Procedimiento para la validación de métodos analíticos**



Fuente: Instituto de Salud Pública de Chile. *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos.* p. 23.

2.5. Características de desempeño de los métodos

Son los criterios, propiedades o capacidades cuantificables utilizados para indicar el grado de calidad que tiene un método o bien para determinar si un

método cumple con los parámetros para su uso previsto. Entre las características de desempeño de los métodos se encuentran a continuación.

2.5.1. Linealidad

“Capacidad de un método para producir resultados directamente proporcionales a la concentración del analito en un rango definido”.¹⁴

2.5.2. Límite de detección

“Es la concentración más pequeña del analito que puede ser detectada por el método con una certeza estadística razonable”.¹⁵

2.5.3. Límite de cuantificación

“Valor de concentración mínima de analito que puede ser detectada con un desempeño aceptable”.¹⁶

2.5.4. Exactitud

“Grado de concordancia entre resultado de una medición y un valor verdadero convencional, o un valor de referencia del mensurado. Es la combinación de la precisión y la veracidad”.¹⁷

¹⁴ Pan American Health Organization. *Buenas Prácticas para Laboratorios Nacionales de Control Farmacéutico. Anexo 3 informe* 36. p. 48.

¹⁵ Ibid. p. 37.

¹⁶ Ibid. p. 44.

¹⁷ Ibid. p. 58.

2.5.4.1. Veracidad

“Proximidad de la media aritmética de los resultados generados por un método y un valor aceptado como referencia. La evaluación práctica de la veracidad se expresa cuantitativamente en términos de sesgo”.¹⁸

2.5.4.1.1. Sesgo

Es la diferencia entre la expectativa relativa a los resultados de una medición y el valor aceptado como referencia. El sesgo es el error sistemático total.

Para determinar este parámetro se puede utilizar material de referencia, material fortificado, material control o material ensayo de aptitud.

2.5.4.2. Precisión

“Expresa cuán cerca están los resultados de una serie repetida de ensayos entre sí. Estos ensayos se realizan bajo las mismas condiciones. La precisión se obtiene midiendo la repetibilidad, reproducibilidad y la precisión intermedia de medida”.¹⁹

¹⁸ Eurolab España. *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. p. 31.

¹⁹ *Ibid.* p. 35.

2.5.4.2.1. Repetibilidad

Grado de concordancia entre los resultados cuando las mediciones se realizan por el mismo analista utilizando el mismo equipo en un intervalo corto de tiempo.

2.5.4.2.2. Reproducibilidad

Es la variabilidad de los resultados de mediciones de este mesurando realizadas en diferentes condiciones de medición. Es decir que las mediciones se realizan con analistas y equipos diferentes, laboratorios diferentes y en un plazo prolongado de tiempo.

2.5.4.2.3. Precisión intermedia

Medida de la variabilidad en los resultados de mediciones realizadas en un mismo laboratorio bajo condiciones.

2.5.5. Incertidumbre de medida

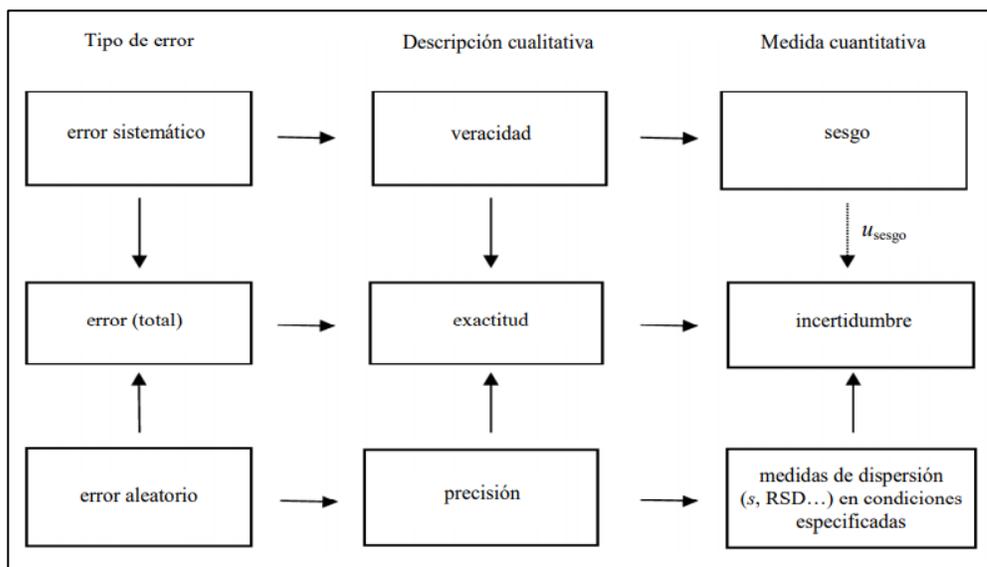
Es el parámetro que caracteriza la dispersión de resultados que podrían ser atribuidos razonablemente al valor asignado a la magnitud.

El resultado de una medición es sólo una estimación del valor del mensurando, y únicamente se encuentra completo cuando está acompañado por la incertidumbre de medición.

En la práctica existen numerosas fuentes posibles de incertidumbre en una medición, entre ellas:

- Muestreo.
- Efectos de la muestra: la muestra no es representativa de la magnitud objeto de medición o la muestra analizada no cuenta con el mensurando definido.
- Sesgos instrumentales: causados por las características del equipo a utilizar para realizar las medidas.
- Valores inexactos de reactivos: patrones de medida o de los materiales de referencia.
- Analista: lectura sesgada de instrumentos analógicos.
- Condiciones de medición: conocimiento no adecuado sobre los efectos de las condiciones ambientales sobre la medición.

Figura 3. **Relaciones entre algunos conceptos fundamentales utilizados para describir la calidad de los resultados de medición**



Fuente: Eurolab España. *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados.* p. 30.

2.6. Espectrometría UV-visible

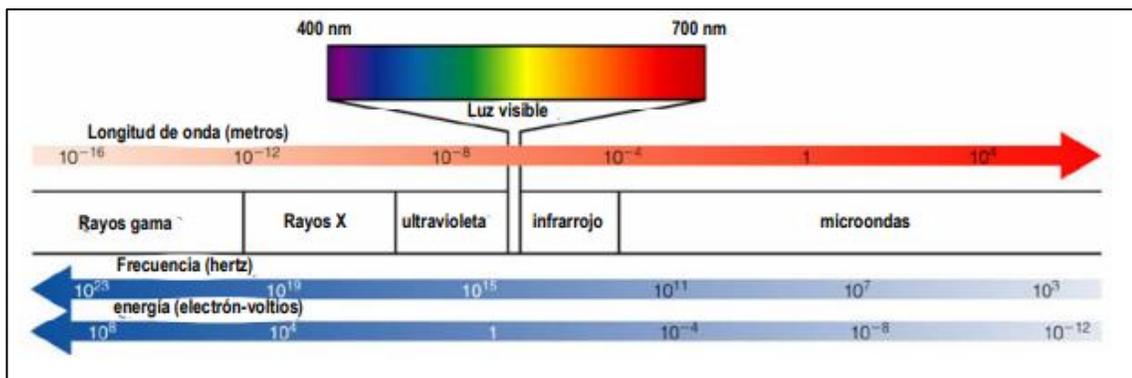
Es un método analítico utilizado para determinar la concentración de un compuesto en solución. Se basa en la capacidad de que tienen las moléculas de absorber radiaciones que se encuentran dentro del espectro UV-visible, así mismo que la cantidad de luz absorbida es directamente proporcional a concentración del componente.

La absorción de radiación produce el espectro de absorción, el cual proporciona información relevante para determinar la composición química, estructura y las propiedades del compuesto.

Al momento que la luz es absorbida por una molécula, se da un salto desde un estado energético basal, E1, a un estado con mayor energía, E2, únicamente se absorbe la energía que permite el salto al estado excitado. Cada molécula se distingue por una serie de estados excitados. Por lo tanto, una señal de identidad de estas es su espectro de absorción, es decir la absorción que a distintas longitudes de onda presenta una determinada molécula.

En espectrofotometría de absorbancia se utiliza la radiación electromagnética de las regiones ultravioleta cercanas a 195-400nm y el visible entre 400 y 780 nm.²⁰

Figura 4. Espectro electromagnético



Fuente: DÍAZ, Nieves Abril; BÁRCENA RUIZ, Antonio. *Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas*. https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf. Consulta: 12 de octubre de 2020.

²⁰ DÍAZ, Nieves Abril; BÁRCENA RUIZ, Antonio. *Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas*. https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf. Consulta: 12 de octubre de 2020.

2.6.1. Transmitancia

Cuando un rayo de luz pasa a una determinada longitud de onda perpendicularmente sobre una disolución de un compuesto que absorbe luz, este absorbe una parte de la radiación incidente y deja pasar el resto. Cuando esta es captada por un receptor posicionado al otro lado, es posible realizar la medición.

La transmitancia de un componente en solución es la relación entre la cantidad de luz transmitida que llega al detector una vez que ha atravesado la muestra y la cantidad de luz que incidió sobre él.

2.6.2. Absorbancia

La absorbancia en un compuesto relacionado a la disolución, ya que indica la cantidad de luz absorbida por la sustancia.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

3.1. Variables

A continuación, se describen las variables que fueron tomadas en consideración para el diseño metodológico.

- Variable independiente
 - Valoración de hierro total en agua de consumo humano

- Variables dependiente
 - Intervalo de trabajo
 - Límite de detección
 - Límite de cuantificación
 - Repetibilidad
 - Precisión intermedia

Tabla I. Variables

Variable	Definición teórica	Tipo de variable	Escala de medición	Método de medición	Dimensionales	Definición estadística	Valores
Valoración de hierro total	La valoración de hierro total es la obtención de la concentración de analito en la muestra y se realiza por espectrofotometría ultravioleta.	Cuantitativa	Numérica de razón	Espectrofotómetro	mg Fe/L	Variable independiente	0 - ∞
Intervalo de trabajo	Intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable	Cuantitativa	Numérica de razón	Grafico	mg Fe/L	Variable dependiente	0 - ∞
Límite de detección	Concentración más pequeña del analito que puede ser detectada por el método con una certeza estadística razonable	Cuantitativa	Numérica de razón	Modelo matemático	mg Fe/L	Variable dependiente	0 - ∞

Continuación de la tabla I.

Límite de cuantificación	Nivel más bajo en el cual el desempeño del método analítico es aceptable para su aplicación prevista	Cuantitativa	Numérica de razón	Modelo matemático	mg Fe/L	Variable dependiente	0 - ∞
Veracidad	Proximidad de la media aritmética de los resultados generados por un método y un valor aceptado como referencia	Cuantitativa	Numérica de razón	Modelo matemático	%	Variable dependiente	0 - ∞
Repetibilidad	Grado de concordancia entre los resultados cuando las mediciones se realizan por el mismo analista utilizando el mismo equipo en un intervalo corto de tiempo	Cuantitativa	Numérica de razón	Coficiente de variación	%	Variable dependiente	0 - ∞
Precisión intermedia	Medida de la variabilidad en los resultados de mediciones realizadas en un mismo laboratorio bajo condiciones	Cuantitativa	Numérica de razón	ANOVA	-	Variable dependiente	0 - ∞

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

3.2. Delimitación del campo de estudio

El presente trabajo pretende aportar información a un laboratorio especializado en el análisis de agua en relación con las características de desempeño de un método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría, con el fin que dicho método sea validado. El laboratorio se encuentra en proceso de acreditación por la Norma ISO/IEC 17025:2017. *Requisitos generales para la competencia de los Laboratorios de ensayo y calibración*. La norma estipula que los laboratorios que están en proceso de acreditación deben validar el método analítico.

Por lo que, el campo de estudio se basa en estimar el intervalo de trabajo, límite de detección y de cuantificación del método analítico mediante un análisis gráfico, así mismo estimar la exactitud del método mediante la veracidad, repetibilidad y precisión intermedia.

Al finalizar de estimar dichas características se evaluará la aceptabilidad de estas para inferir si el método analítico es apto para su uso previsto.

3.3. Recursos humanos disponibles

- Investigadora: Br. Cindy María Bonilla Medina
- Asesora: MA. Ing. William Eduardo Fagiani Cruz
- Co-asesor: MSc. Inga. Ana Rufina Herrera Soto

3.4. Recursos materiales disponibles

Para realizar mediciones fiables de la concentración de hierro total de diversas muestras de la matriz de agua potable, es necesario contar con el equipo, cristalería y reactivos adecuados.

3.4.1. Equipo

Se necesita la combinación de un espectrofotómetro VIS de alto rendimiento con tecnología RFID para obtener medidas fiables y trazables de análisis.

- DR 3900 Espectrofotómetro

3.4.2. Cristalería

La cristalería necesaria para llevar a cabo el método debe de estar en buenas condiciones y certificadas.

- Beackers
- Pipetas volumétricas

- Celda de análisis, cuadrada, de una pulgada, 10-mL.

3.4.3. Reactivos

Se debe de utilizar un reactivo que permita convertir todo el hierro soluble y la mayoría de las formas insolubles de hierro de la muestra en hierro ferroso soluble.

- FerroVer Iron Reagent Powder Pillow

3.5. Técnica cuantitativa

Para la evaluación de las características de desempeño a través de distintos análisis se debe realizar la medición de la concentración de hierro total de diversas muestras de la matriz de agua potable.

3.5.1. Determinación de la concentración de hierro total

- Seleccionar en la pantalla programas almacenados.
- Selección el test 265 Hierro FerroVer y dar inicio.
- Llenar una celda cuadrada de una pulgada con 10 mL de la muestra utilizando una pipeta volumétrica.
- Añadir a celda del paso 3 el contenido de un sobre de reactivo de hierro FerroVer Iron Reagent Powder Pillow.
- Agitar con rotación para mezclar.
- Seleccionar en la pantalla de espectrofotómetro el símbolo de temporizador y pulsar OK. Comienza un periodo de reacción de 3 minutos.
- Dejar reaccionar por 2 minutos extra si la muestra contiene óxido de hierro visible.

- Llenar otra celda cuadrada de una pulgada con 10mL de la muestra utilizando una pipeta volumétrica.
- Al finalizar el temporizador, limpiar bien el exterior de la celda del paso 8 y colocarla en el soporte porta cubetas con la marca de llenado hacia la derecha.
- Seleccionar en la pantalla CERO, la pantalla indicara 0,00 mg/L Fe.
- Limpiar bien el exterior de la celda del paso 4 y colocarla en el soporte porta cubetas con la marca de llenado hacia la derecha.
- Seleccionar en la pantalla MEDICIÓN, la pantalla indicara el resultado de la concentración del hierro en mg/L Fe.

3.5.2. Determinación del límite de detección y cuantificación del método analítico

- Medir la concentración de hierro total de una muestra blanco, es decir matriz que no contenga cantidades detectables del analito.
- Repetir 10 veces el paso 1.
- Repetir del paso 1 al 2 con otras 2 muestra blanco.

3.5.3. Determinación del rango lineal

- Medir la concentración de hierro total de una muestra blanco, es decir matriz que no contenga cantidades detectables del analito.
- Medir la concentración de 6 patrones de calibración. Las concentraciones deben estar espaciadas uniformemente en el rango de interés.
- Realizar 3 repeticiones del paso 1 al 2.
- Graficar la respuesta en función de la concentración de los patrones.
- Identificar el rango lineal aproximado.

3.5.4. Determinación del intervalo de trabajo

- Medir la concentración de hierro total de una muestra blanco, es decir matriz que no contenga cantidades detectables del analito.
- Medir la concentración de 6 patrones de calibración. Las concentraciones deben estar espaciadas uniformemente en el rango lineal.
- Realizar 3 repeticiones del paso 1 al 2.

3.5.5. Determinación de la veracidad del método analito

- Medir la concentración de hierro total de 3 materiales de referencia utilizando el método candidato.
- Repetir 10 veces el paso 1.

3.5.6. Determinación de repetibilidad

- Medir la concentración de hierro total del material de referencia utilizando el mismo equipo y analista, en un corto plazo de tiempo.
- Repetir 6 veces el paso 1.
- Realizar el paso 1 al 2 con otros 3 materiales de referencia. Las concentraciones de los materiales deben estar espaciadas uniformemente en el rango de interés.

3.5.7. Determinación de precisión intermedia

- Medir la concentración de hierro total del material de referencia utilizando el mismo equipo y distinto analista, en un plazo prolongado de tiempo.
- Repetir 6 veces el paso 1.

- Realizar el paso 1 al 2 con otros 3 materiales de referencia. Las concentraciones de los materiales deben estar espaciadas uniformemente en el rango de interés.

3.6. Información recolectada

Para la evaluación de las características de desempeño a través de distintos análisis se realiza la medición de la concentración de hierro total de diversas muestras de la matriz de agua potable.

Tabla II. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del límite de detección y cuantificación**

Muestra blanco	Concentración (mg Fe/L)
1	0,020
	0,010
	0,010
	0,020
	0,010
	0,010
	0,020
	0,010
	0,020
	0,020
2	0,000
	0,000
	0,020
	0,020
	0,000
	0,020
	0,000
	0,020
	0,020

Continuación de la tabla II.

Muestra blanco	Concentración (mg Fe/L)
3	0,020
	0,020
	0,020
	0,010
	0,000
	0,000
	0,020
	0,000
	0,000
	0,020

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla III. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del rango lineal**

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
Blanco	0,000	0,010
		0,000
		0,010
1	0,500	0,840
		0,630
		0,530
2	1,000	1,000
		1,040
		1,010
3	1,500	1,510
		1,590
		1,510
4	2,000	2,270
		2,130
		2,010

Continuación de la tabla III.

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
5	2,500	2,710
		2,660
		2,680
6	3,000	3,030
		3,010
		3,110

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla IV. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación del intervalo de trabajo**

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
Blanco	0,000	0,010
		0,040
		0,010
1	0,500	0,500
		0,510
		0,500
2	1,000	1,040
		1,040
		1,030
3	1,500	1,540
		1,540
		1,530
4	2,000	2,090
		2,070
		2,000

Continuación de la tabla IV.

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
5	2,500	2,660
		2,700
		2,630
6	3,000	3,030
		2,980
		2,990

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla V. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la veracidad**

MR	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
1	1,00	1,03
		1,02
		1,00
		1,00
		1,04
		1,00
		1,02
		1,01
		1,01
		1,00
2	2,00	2,00
		1,94
		1,96
		1,92
		1,94
		1,96
		1,96
		1,94
		1,91
		1,96

Continuación de la tabla V.

MR	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
3	3,00	2,86
		2,83
		2,90
		2,84
		2,87
		2,90
		2,85
		2,90
		2,88
		2,86

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla VI. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la repetibilidad**

MR	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
1	08:00	1,00	1,01
	08:20		1,01
	08:40		1,01
	09:00		1,01
	09:20		1,01
	09:40		1,02
2	10:00	2,00	2,01
	10:20		2,08
	10:40		2,00
	11:00		1,99
	11:20		2,00
	11:40		2,02

Continuación de la tabla VI.

MR	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
3	12:00	3,00	3,00
	12:20		2,94
	12:40		2,94
	13:00		2,96
	13:20		2,95
	13:40		2,96

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla VII. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la precisión intermedia, analista 1**

Analista 1			
Día	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
1	7:00	1,00	1,040
	8:00		1,090
	9:00		1,020
	10:00		1,020
	11:00		1,070
	12:00		1,060
2	7:00	1.50	1,570
	8:00		1,550
	9:00		1,580
	10:00		1,550
	11:00		1,570
	12:00		1,570

Continuación de la tabla VII.

Dia	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
3	7:00	2,00	2,05
	8:00		2,06
	9:00		2,04
	10:00		2,04
	11:00		2,05
	12:00		2,04

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

Tabla VIII. **Determinación de la concentración de hierro total en agua potable para la estimación de la precisión intermedia, analista 2**

Analista 2			
Dia	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
1	7:00	1,00	1,040
	8:00		1,020
	9:00		1,020
	10:00		1,000
	11:00		1,000
	12:00		1,020
2	7:00	1.50	1,560
	8:00		1,550
	9:00		1,550
	10:00		1,550
	11:00		1,560
	12:00		1,550

Continuación de la tabla VIII.

Día	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)
3	7:00	2,00	1,960
	8:00		2,140
	9:00		1,980
	10:00		2,000
	11:00		2,010
	12:00		2,090

Fuente: elaboración propia, según datos obtenidos en Laboratorio 4Q.

3.7. Tabulación y ordenamiento de la información

Para la estimación de las características de desempeño se realiza el análisis de medidas replicadas de muestras blanco, así como muestras de referencia.

Tabla IX. **Determinación del límite de detección y cuantificación**

Muestra blanco	Concentración medida (mg Fe/L)	S_o (mg Fe/L)	S_° (mg Fe/L)	LOD (mg Fe/L)	LOQ (mg Fe/L)
1	0,020	0,005	0,007	0,022	0,075
	0,010				
	0,010				
	0,020				
	0,010				
	0,010				
	0,020				
	0,010				
	0,020				
	0,020				

Continuación de la tabla IX.

Muestra blanco	Concentración medida (mg Fe/L)	S _o (mg Fe/L)	S' (mg Fe/L)	LOD (mg Fe/L)	LOQ (mg Fe/L)
2	0,000	0,010	0,015	0,044	0,146
	0,000				
	0,020				
	0,020				
	0,000				
	0,020				
	0,000				
	0,020				
	0,020				
	0,020				
3	0,020	0,010	0,014	0,042	0,141
	0,020				
	0,020				
	0,010				
	0,000				
	0,000				
	0,020				
	0,000				
	0,000				
	0,020				
\bar{x}				0,036	0,120

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla X. **Determinación del rango lineal aproximado**

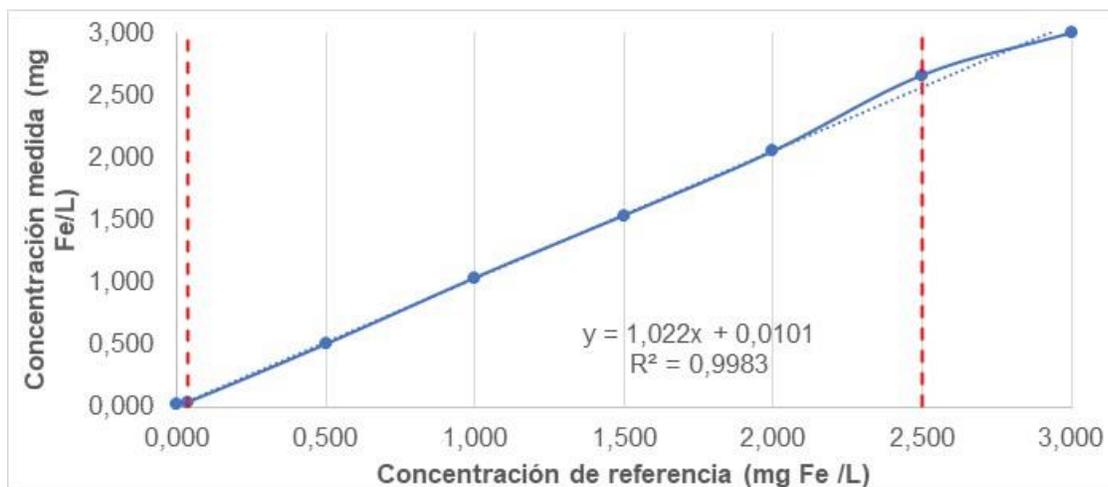
No. de muestra	Concentración d referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)
Blanco	0,000	0,010	0,007
		0,000	
		0,010	
1	0,500	0,840	0,667
		0,630	
		0,530	

Continuación de la tabla X.

No. de muestra	Concentración d referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)
2	1,000	1,000	1,017
		1,040	
		1,010	
3	1,500	1,510	1,537
		1,590	
		1,510	
4	2,000	2,270	2,137
		2,130	
		2,010	
5	2,500	2,710	2,683
		2,660	
		2,680	
6	3,000	3,030	3,050
		3,010	
		3,110	

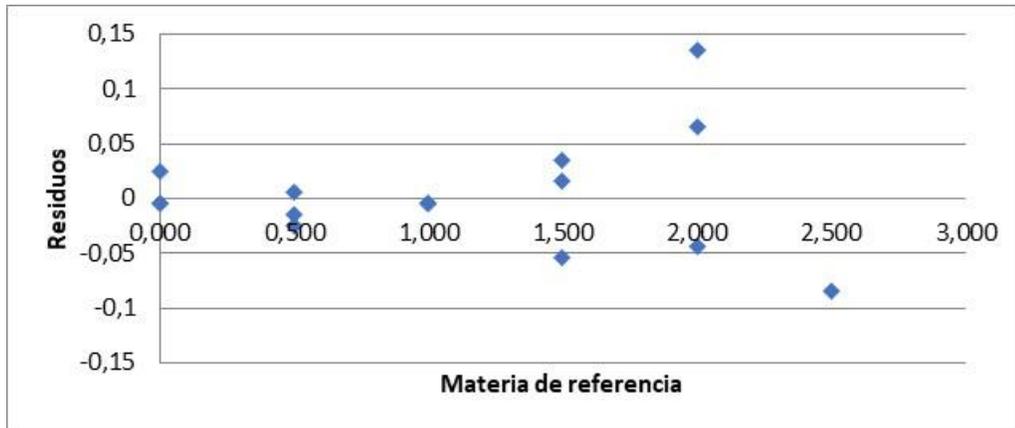
Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Figura 5. **Identificación del rango lineal aproximado**



Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Figura 6. Residuales



Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XI. Determinación del intervalo de trabajo

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)
Blanco	0,000	0,010	0,020
		0,040	
		0,010	
1	0,500	0,500	0,503
		0,510	
		0,500	
2	1,000	1,040	1,037
		1,040	
		1,030	
3	1,500	1,540	1,537
		1,540	
		1,530	
4	2,000	2,090	2,053
		2,070	
		2,000	
5	2,500	2,660	2,663
		2,700	
		2,630	

Continuación de la tabla XI.

No. de muestra	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)
6	3,000	3,030	3,000
		2,980	
		2,990	

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XII. **Determinación de la veracidad**

MR	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)	b (%)
1	1,000	1,030	1,013	1,300
		1,020		
		1,000		
		1,000		
		1,040		
		1,000		
		1,020		
		1,010		
		1,010		
		1,000		
2	2,000	2,000	1,949	2,550
		1,940		
		1,960		
		1,920		
		1,940		
		1,960		
		1,960		
		1,940		
		1,910		
		1,960		

Continuación de la tabla XII.

MR	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)	b (%)
3	3,000	2,860	2,870	4,370
		2,830		
		2,900		
		2,840		
		2,870		
		2,900		
		2,850		
		2,900		
		2,880		
		2,860		
\bar{x} (mg Fe/L)				2,740

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XIII. **Determinación de la repetibilidad**

MR	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)	σ	CV(%)
1	08:00	1,000	1,010	1,012	0,004	0,404
	08:20		1,010			
	08:40		1,010			
	09:00		1,010			
	09:20		1,010			
	09:40		1,020			
2	10:00	2,000	2,010	2,017	0,033	1,619
	10:20		2,080			
	10:40		2,000			
	11:00		1,990			
	11:20		2,000			
	11:40		2,020			

Continuación de la tabla XIII.

MR	Hora	Concentración de referencia (mg Fe/L)	Concentración medida (mg Fe/L)	\bar{x} (mg Fe/L)	σ	CV(%)
3	12:00	3,000	3,000	2,958	0,022	0,753
	12:20		2,940			
	12:40		2,940			
	13:00		2,960			
	13:20		2,950			
	13:40		2,960			
\bar{X} (%)						0,925

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XIV. **Determinación de la precisión intermedia**

ANÁLISIS DE VARIANZA CON MR 1						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
HORAS	0,003	5,000	0,001	1,000	0,500	5,050
ANALISTAS	0,003	1,000	0,003	6,494	0,051	6,608
Error	0,003	5,000	0,001			
Total	0,008	11,000				
ANÁLISIS DE VARIANZA CON MR 2						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
HORAS	0,000	5,000	0,000	1,585	0,789	5,050
ANALISTAS	0,005	1,000	0,005	5,976	0,004	6,608
Error	0,001	5,000	0,000			
Total	0,006	11,000				
ANÁLISIS DE VARIANZA CON MR 3						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
HORAS	0,014	5,000	0,003	1,235	0,411	5,050
ANALISTAS	0,001	1,000	0,001	0,377	0,566	6,608
Error	0,011	5,000	0,002			
Total	0,026	11,000				

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

3.8. Análisis estadístico

Mediante un análisis de varianza de dos factores es posible determinar si el origen de las muestras blanco provoca o no un cambio en la determinación del límite de detección y cuantificación el método analítico.

Tabla XV. **Criterio de aceptación de hipótesis nula**

Hipótesis nula (H_0)	$\mu_1 = \mu_2 = \mu_3$
Hipótesis alternativa (H_1)	$\mu_1 \neq \mu_2 \neq \mu_3$
Criterio de aceptación de H_0	$F < F_{\text{critico}}$

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XVI. **Análisis de varianza de las muestras blanco utilizadas para la determinación de LOD y LOQ**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	8,67E-05	2,000	4,33E-05	0,557	0,579	3,354
Dentro de los grupos	0,002	27,000	7,78E-05			
Total	0,002	29,000				

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XVII. **Análisis de varianza de la veracidad calculada para los destinos MR**

Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	47,557	2,000	23,779	16,517	0,000	3,354
Dentro de los grupos	38,869	27,000	1,440			
Total	86,427	29,000				

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

4. RESULTADOS

Luego de realizar las medidas correspondientes de muestras de agua potable con concentraciones conocidas de hierro total y muestras blanco, para determinar las características desempeño se obtuvieron los siguientes resultados. Así mismo se observa si las mismas cumplen con los criterios de aceptabilidad.

Tabla XVIII. **Características de desempeño del método analítico**

Característica de desempeño	Resultado		
Intervalo de trabajo (mg Fe/L)	0,036 - 3,000		
LOD (mg Fe/L)	0,036		
LOQ (mg Fe/L)	0,120		
Veracidad (b%)	2,740		
Repetibilidad (CV%)	0,925		
Presión intermedia (ANOVA)		F	F _{critico}
	Analistas	1,273	5,050
	Días	4,282	6,608

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

Tabla XIX. **Criterios de aceptación de las características de desempeño**

Característica de desempeño	Criterio de aceptabilidad	Cumple	No cumple
Intervalo de trabajo (mg Fe/L)	N/A	N/A	N/A
LOD (mg Fe/L)	N/A	N/A	N/A
LOQ (mg Fe/L)	N/A	N/A	N/A
Veracidad (%)	$\%b \leq 10 \%$	x	
Repetibilidad (%)	$CV \leq 3 \%$.	x	
Presión intermedia	$F < F_{\text{critico}}$	x	

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Excel 365.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Según la tabla XIX el intervalo de trabajo, intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable es 0,036 – 3,00 mg Fe/L. El límite inferior del intervalo de trabajo está determinado por el límite de cuantificación, LOQ. El límite superior del intervalo de trabajo está definido por las concentraciones a las cuales se observan anomalías significativas en la sensibilidad analítica.

Para evaluar el límite de detección (LOD), se realizó el análisis de medidas replicadas de muestras blanco, es decir matrices que no contienen cantidades detectables del analito. Según la tabla XIX la concentración más pequeña del analito que puede ser detectada por el método con una certeza estadística razonable es de 0,036 mg Fe/L

Según la tabla XIX se establece que el nivel más bajo en el cual el desempeño del método analítico es aceptable para su aplicación prevista es de 0,120 mg Fe/L.

La exactitud de medición expresa la proximidad de un único resultado a un valor de referencia. La validación de métodos investiga la exactitud de los resultados evaluando los efectos sistemáticos y aleatorios sobre resultados individuales. Por lo tanto, la exactitud, en este trabajo, se estudia utilizando tres componentes: veracidad, repetibilidad y precisión intermedia.

La veracidad de medición permite estimar la proximidad de la media de un número infinito de resultados producidos con el método analítico a un valor de

referencia. Ya que no es posible realizar un número infinito de mediciones, no se puede medir la veracidad. Sin embargo, en este trabajo se realizó esta evaluación expresada cuantitativamente en términos de sesgo. El sesgo del método surge de los errores sistemáticos inherentes a éste, independientemente del laboratorio que lo utilice. Según la tabla XX, el resultado obtenido de sesgo cumple con el criterio de aceptación.

La repetibilidad permite conocer la más pequeña variación en los resultados. Por ello para determinar dicha característica de desempeño se realizó un análisis de muestras con concentraciones conocidas por un solo analista utilizando el mismo equipo en un corto plazo de tiempo. El valor del coeficiente de variación es frecuentemente utilizado como un indicador de la repetibilidad. Valores muy bajos (inferiores a 1 %) reflejan muy buena repetibilidad. Valores superiores a 3 % son indicadores de baja repetibilidad (Hurtado et al., 2017). En la tabla XIX se puede observar que el CV obtenido fue menor al 1 %, por lo que el método analítico refleja muy buena repetibilidad.

Otro término que permite estimar la variación de los resultados es la precisión intermedia, esta característica de desempeño ofrece una estimación de la variación en los resultados cuando las mediciones se realizan en un solo laboratorio, pero en condiciones que son más variables que las condiciones de repetibilidad, analistas diferentes y mediciones realizadas en un plazo prolongado de tiempo.

Para evaluar la precisión intermedia se realizó un análisis de varianza de los datos obtenidos, el cual permite observar cómo varía la concentración medida dependiendo del analista sin diferenciar el tiempo transcurrido entre medición, así como estudiar cómo se comporta la concentración medida dependiendo del tiempo transcurrido entre mediciones sin diferenciar el analista. Según la tabla XIX

y tabla XX se observa que para ambos estudios se cumple el criterio de aceptación, por lo que el método cuenta con precisión intermedia.

Según la sección de análisis estadístico se establece que el origen de las muestras blanco no provoca un cambio en la determinación del límite de detección y cuantificación el método analítico. También se establece que el origen de las muestras de referencia provoca un cambio en la estimación de la veracidad del método analítico.

CONCLUSIONES

1. El estudio demostró que el método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría es apto para continuar el proceso de validación de este.
2. El intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable es 0,036 – 3,00 mg Fe/L. El límite de detección y cuantificación del método es de 0.036 mg Fe/L y 0,120 mg Fe/L, respectivamente.
3. La veracidad expresada cuantitativamente en términos de sesgo cumple con los criterios de aceptabilidad, por lo que método analítico para la determinación de hierro total en agua de consumo humano mediante espectrofotometría es veraz.
4. El método es repetible y preciso bajo las condiciones de trabajo establecidas.
5. Las características de desempeño del método cumplen con los criterios de aceptación, por lo que el mismo es apto para su uso previsto.

RECOMENDACIONES

1. Trabajar bajo las mismas condiciones propuestas en este trabajo para garantizar la confiabilidad de los resultados, ya que la modificación de una o varias condiciones implica una nueva determinación de las características de desempeño
2. Conocer las indicaciones del manual del fabricante para obtener información específica sobre el mantenimiento y buen funcionamiento del equipo de trabajo.
3. Implementar un sistema de gestión bajo la norma ISO/IEC 17025 en el laboratorio para asegurar que los ensayos cumplan con los criterios de calidad y fiabilidad que el cliente exige y necesita.

BIBLIOGRAFÍA

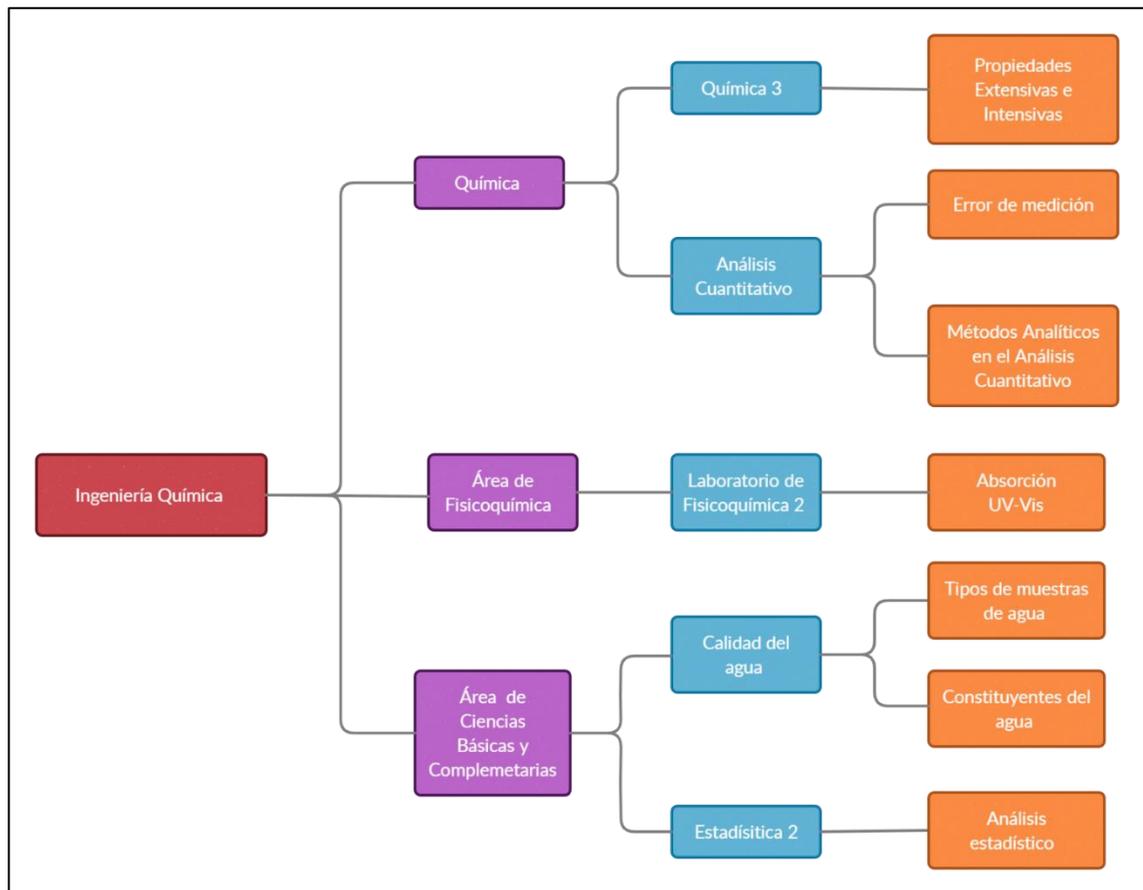
1. ARRIOLA, Lucrecia. *Validación de métodos analíticos, fisicoquímicos y microbiológicos*. Guatemala: Colegio de Químicos y Farmacéuticos de Guatemala. 2012. 84 p.
2. BRIONES TORRES, Mayra Alejandra. *Validación de métodos analíticos para la determinación de alcalinidad, dureza, hidrocarburos totales de petróleo (TPH) y fósforo, en aguas residuales, en el Laboratorio de Eismaster Cia Ltda*. Trabajo de graduación Ing. Química. Facultad de Ingeniería Química y Agroindustria. Escuela Politécnica Nacional. Ecuador. 2010. 130 p.
3. BURGOS GALEANO, Carlos; ESTRADA PALENCIA, Paula. *Validación de un método analítico para la determinación de aluminio residual en agua potable mediante espectrofotometría visible*. Cali: NOVA Revista. 2016. 82 p.
4. Comisión Guatemalteca de Normas. *COGUANOR NTG 29001: Agua para consumo humano (agua potable). Especificaciones*. Guatemala: Ministerio de Economía. 2005. 12 p.
5. DÍAZ, Nieves Abril; BÁRCENA RUIZ, Antonio. *Espectrofotometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas*. [en línea]. <https://www.uco.es/dptos/bioquimica-biol-mol/pdfs/08_ESPECTROFOTOMETRIA.pdf>. [Consulta: 12 de octubre de 2020].

6. DOZIER, Monty; MCFARLAND, Mark. *Problemas del agua potable: El hierro y el manganeso*. Estados Unidos: Instituto de Recursos de Agua de Texas. 1914. 6 p.
7. ESPINOZA CASTELLÓN, Erick; ALVARADO GÁMEZ, Ana. *Desarrollo y validación de un método voltamperométrico para determinar estaño total en agua*. México: UNAM. 2012. 72 p.
8. Eurolab España. Guía Eurachem: *La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. España: Eurolab España. 2016. 66 p.
9. GUIX BAQUIAX, Ana Lucia. *Determinación de los parámetros fisicoquímicos y microbiológicos del agua de distribución municipal en el municipio de Patzité del departamento de El Quiché*. Trabajo de graduación Química Farmacéutica. Facultad de Ciencias Químicas y Farmacia, Universidad de San Carlos de Guatemala. 2014. 108 p.
10. HERRERA, Jonathan. *Validación y estimación de incertidumbre de un método analítico para cuantificar hierro total por el método colorimétrico de la fenantrolina en agua potable y natural*. Nicaragua: Revista Científica de FAREM Estelí. 2020. 223 p.
11. Instituto de Salud Pública de Chile. *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: Aspectos generales sobre la validación de métodos*. Chile: Departamento de Salud Ambiental. 2010. 67 p.

12. Pan American Health Organization. *Buenas Prácticas para Laboratorios Nacionales de Control Farmacéutico*. Anexo 3 informe 36. Ginebra: PAHO. 2002. 45 p.

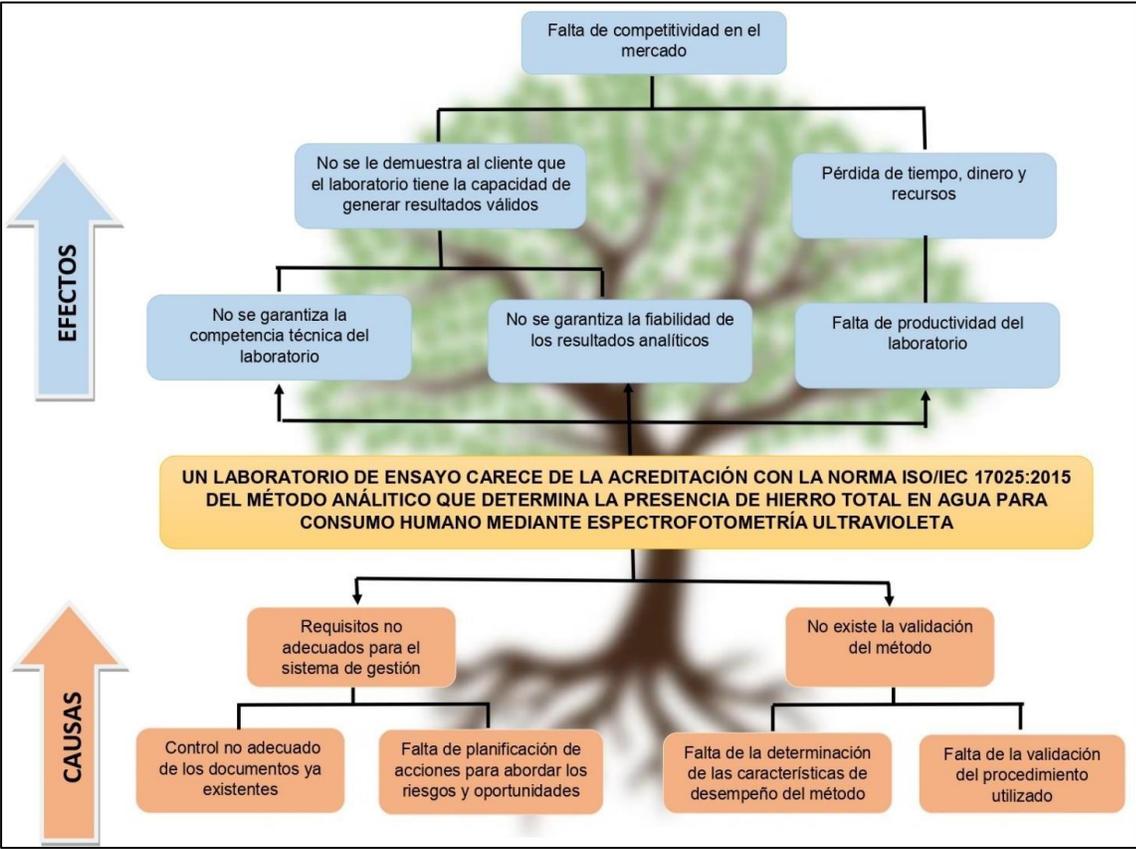
APÉNDICES

Apéndice 1. Requisitos académicos



Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Visio 2019.

Apéndice 2. Árbol de problemas



Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Visio 2019.

Apéndice 3. Mediciones realizadas con espectrofotómetro



Fuente: elaboración propia, toma de espectrómetro, Laboratorio 4Q.

Apéndice 4. Reacción entre el reactivo FerroVer Iron Reagent Powder Pillow y materiales de referencias a distintas concentraciones



MR = 0.5 mg Fe/L



MR = 1.5 mg Fe/L



MR = 2.5 mg Fe/L



MR = 3 mg Fe/L

Fuente: elaboración propia, toma de muestras, Laboratorio 4Q.

Apéndice 5. Métodos y modelos de los datos según tipo de variables

Límite de detección

$$LOD = 3 * s'_o$$

(Barwick et al., 2016)

Donde:

LOD = Límite de detección

s'_o = Desviación estándar considerando el promedio

Límite de cuantificación

$$LOQ = k_Q * s'_o$$

(Barwick et al., 2016)

Donde

LOQ = Límite de cuantificación

k_Q = Factor, el valor por defecto para k_Q es 10

Desviación estándar considerando el promedio

$$s'_o = \frac{s_o}{\sqrt{n}}$$

(Barwick et al., 2016)

Donde:

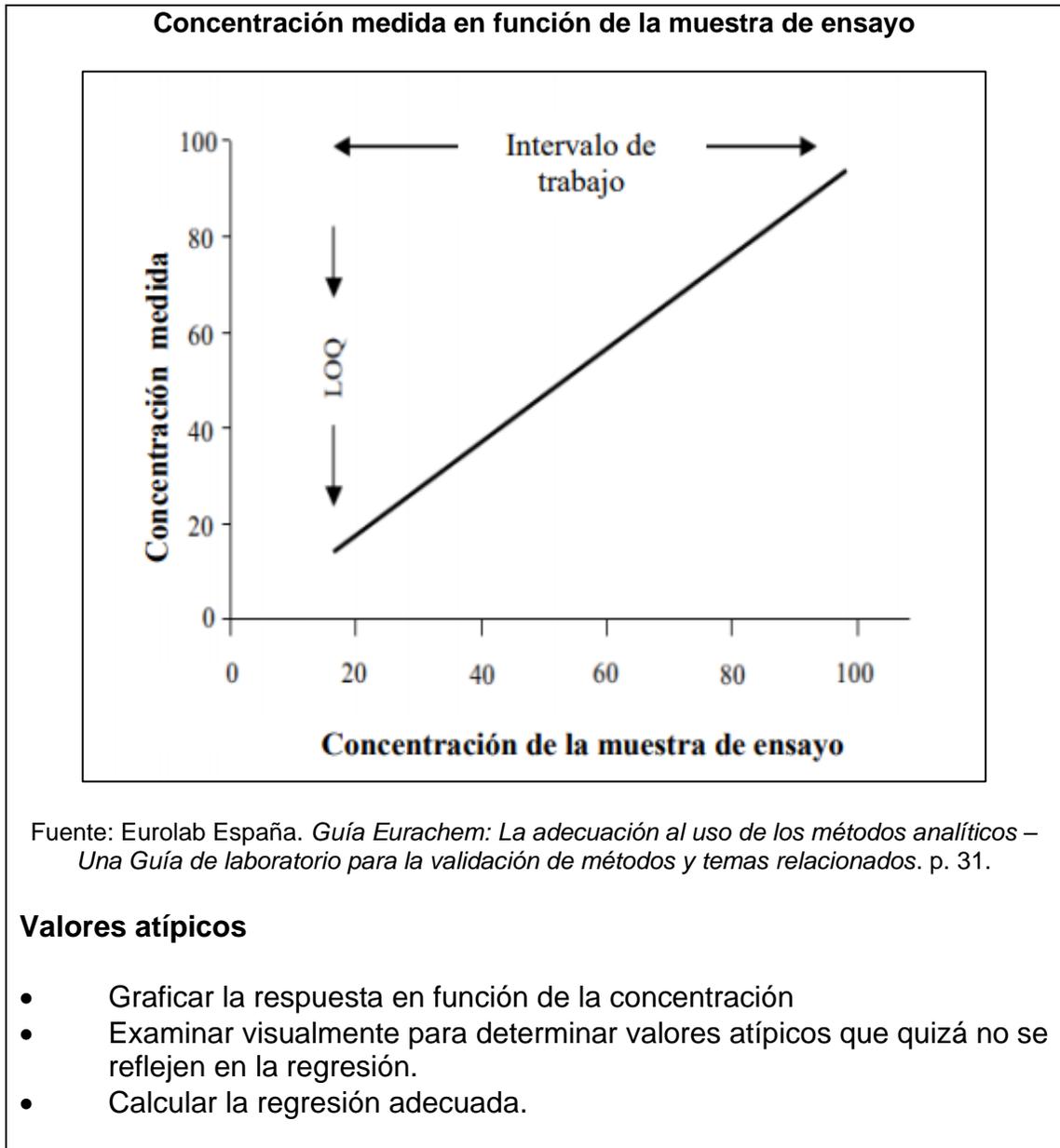
s'_o = Desviación estándar considerando el promedio

n = número de réplicas promediadas en el uso de rutina.

Rango lineal

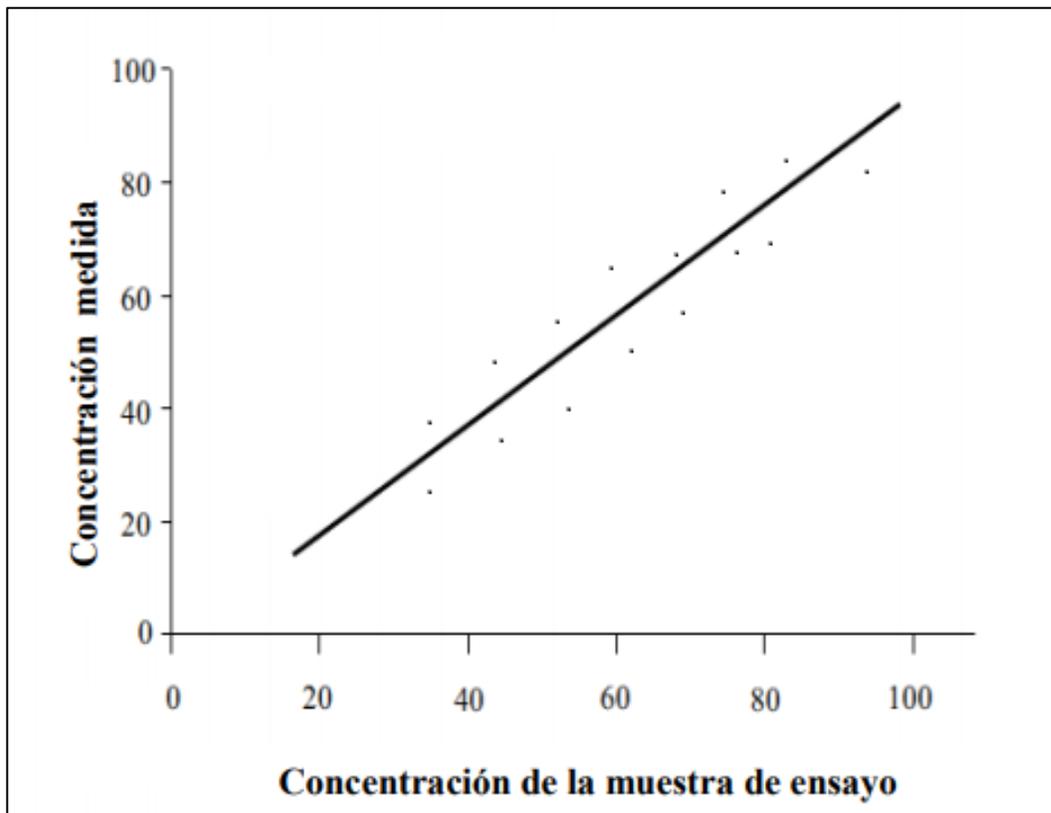
- Graficar la respuesta en función de la concentración
- Examinar visualmente para identificar el rango lineal aproximado y los límites superior e inferior del intervalo de trabajo.

Continuación del apéndice 5.



Continuación del apéndice 5.

13. Concentración medida en función de la muestra de ensayo



Fuente: Eurolab España. *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados.* p. 34.

Residual

$$R = y_{obs} - y_{cal}$$

Donde:

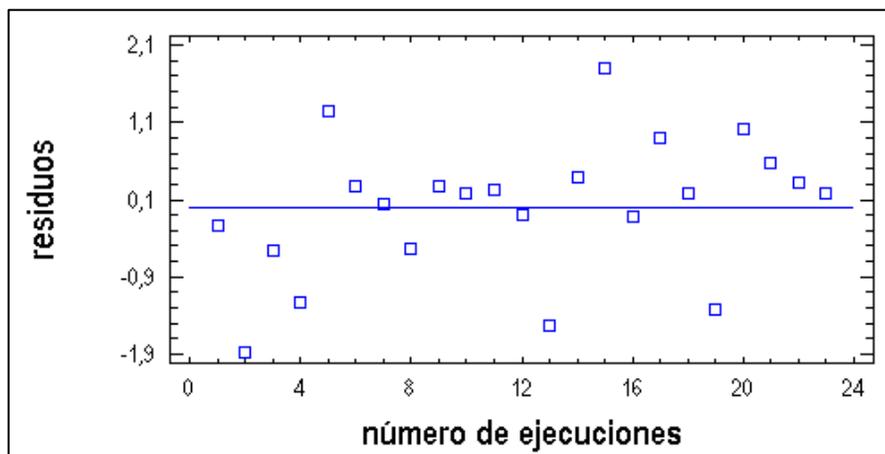
R = Residual

y_{obs} = Valor observado de y

y_{cal} = Valor calculado de y pronosticado por la línea recta, para cada valor de x

Continuación del apéndice 5.

Residuos en función del número de ejecuciones



Fuente: Eurolab España. *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos – Una Guía de laboratorio para la validación de métodos y temas relacionados*. p. 35.

Veracidad a través del sesgo

$$b(\%) = \frac{\bar{x} - x_{ref}}{x_{ref}} * 100$$

Fuente: (Barwick et al., 2016)

Donde

b(%) = Sesgo en términos de porcentaje

\bar{x} = Media de los resultados

x_{ref} = Valor de referencia

Repetibilidad a través del coeficiente de variación

$$CV(\%) = \frac{s_0}{\bar{x}} * 100$$

Fuente: (Arriola, 2012)

Donde

s_0 = Desviación estándar

\bar{x} = Media de los resultados

Fuente: elaboración propia, empleando Microsoft Word 365.

