



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

**EVALUACIÓN DE TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE
LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE
CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA**

Estuardo Alejandro Chavarría García

Asesorado por el Ing. Jorge Mario Estrada Asturias

Guatemala, mayo de 2016

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**EVALUACIÓN DE TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE
LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE
CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

ESTUARDO ALEJANDRO CHAVARRÍA GARCÍA
ASESORADO POR EL ING. JORGE MARIO ESTRADA ASTURIAS

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERO QUÍMICO

GUATEMALA, MAYO DE 2016

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Inga. Elvia Miriam Ruballos Samayoa
VOCAL IV	Br. Raúl Eduardo Ticún Córdova
VOCAL V	Br. Henry Fernando Duarte García
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. Víctor Herbert de León Morales
EXAMINADOR	Ing. Jorge Mario Estrada Asturias
EXAMINADORA	Inga. Mercedes Esther Roquel Chávez
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

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 TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 17 de noviembre de 2014.

Estuardo Alejandro Chavarría García



Guatemala, enero de 2016

Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Ing. Qco. Carlos Salvador Wong
Director de Escuela de Ingeniería Química

Ingeniero Wong:

Por este medio, le informo que el estudiante Estuardo Alejandro Chavarría García identificado en la facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala con número de carné 200815477, ha realizado el informe final titulado: **"Evaluación de tres métodos de análisis químico de laboratorio en la determinación de parámetros de calidad del aire en una empresa ecológica - química"**. Procedo a la aprobación del mismo, ya que reúne el rigor, secuencia y coherencia metodológica requerida.

Atentamente.



Jorge Mario Estrada Asturias
Ingeniero Químico Col. 685
Profesor Titular
Escuela de Ing. Química USAC

Ing. Jorge Mario Estrada Asturias
Ingeniero Químico
Colegiado No. 685



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS
DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERIA
UNIDAD DE EPS

Guatemala, 15 de enero de 2016.
Ref.EPS.DOC.18.01.16.

Ing. Silvio José Rodríguez Serrano
Director Unidad de EPS
Facultad de Ingeniería
Usac.

Ing. Rodríguez Serrano:

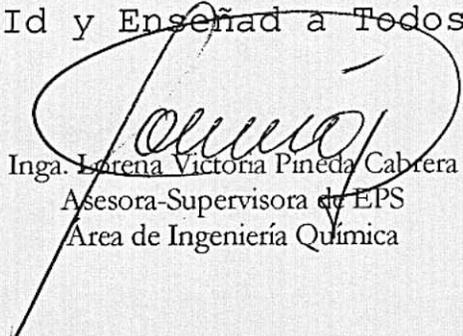
Por este medio atentamente le informo que como Asesora-Supervisora de la Práctica del Ejercicio Profesional Supervisado (E.P.S.), del estudiante universitario **Estuardo Alejandro Chavarría García** de la Carrera de Ingeniería Química, con carné No. **200815477**, procedí a revisar el informe final, cuyo título es **"EVALUACIÓN DE TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA"**.

En tal virtud, **LO DOY POR APROBADO**, solicitándole darle el trámite respectivo.

Sin otro particular, me es grato suscribirme.

Atentamente,

"Id y Enseñad a Todos"


Inga. Lorena Victoria Pineda Cabrera
Asesora-Supervisora de EPS
Área de Ingeniería Química



c.c. Archivo
LVPC/ra



Guatemala, 15 de enero de 2016.
Ref.EPS.D.616.01.16.

Ing. Victor Manuel Monzón Valdéz
Director Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería
Presente

Estimado Ingeniero Monzón Valdéz.

Por este medio atentamente le envío el informe final correspondiente a la práctica del Ejercicio Profesional Supervisado, (E.P.S) titulado **"EVALUACIÓN DE TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA"** que fue desarrollado por el estudiante universitario Estuardo Alejandro Chavarría García, quien fue debidamente asesorado y supervisado por la Ingeniero Lorena Victoria Pineda Cabrera.

Por lo que habiendo cumplido con los objetivos y requisitos de ley del referido trabajo y existiendo la aprobación del mismo por parte de la Asesora-Supervisora de EPS, en mi calidad de Director apruebo su contenido solicitándole darle el trámite respectivo.

Sin otro particular, me es grato suscribirme.

Atentamente,
"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Silvio José Rodríguez Serrano
Director Unidad de EPS



SJRS/ra

Guatemala, 05 de abril de 2016.
Ref. EIQ.TG-IF.019.2016.

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo 063-2014 le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

**INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN
-Modalidad Ejercicio Profesional Supervisado-**

Solicitado por el estudiante universitario: **Estuardo Alejandro Chavarría García**.
Identificado con número de carné: **2008-15477**.
Previo a optar al título de **INGENIERO QUÍMICO**.

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 TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE
LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD
DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por el Ingeniero Químico: **Jorge Mario Estrada Asturias**.

Habiendo encontrado el referido informe final del 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"



Inga. Mercedes Esther Roquel Chávez
COORDINADORA DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación





Ref.EIQ.TG.030.2016

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Ejercicio Profesional Supervisado (**EPS final**) del estudiante **ESTUARDO ALEJANDRO CHAVARRÍA GARCÍA** titulado: **“EVALUACIÓN DE TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA”** Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

“Id y Enseñad a Todos”

Ing. Carlos Salvador Wong Dav
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química



Guatemala, mayo de 2016

Cc: Archivo
CSWD/ale

Universidad de San Carlos
de Guatemala

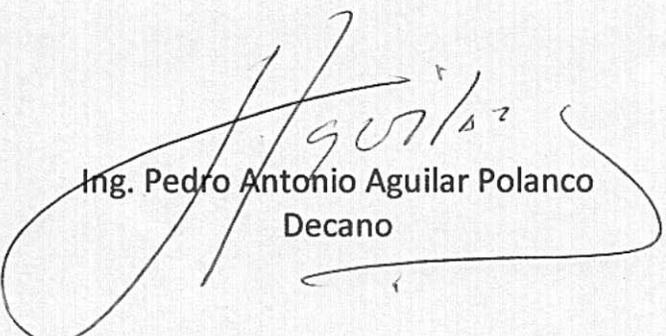


Facultad de Ingeniería
Decanato

DTG. 244.2016

El Decano 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 TRES MÉTODOS DE ANÁLISIS QUÍMICO DE LABORATORIO EN LA DETERMINACIÓN DE PARÁMETROS DE CALIDAD DEL AIRE EN UNA EMPRESA ECOLÓGICA-QUÍMICA**, presentado por el estudiante universitario: **Estuardo Alejandro Chavarría García**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano



Guatemala, mayo de 2016

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

Dios y Virgen María	Por las bendiciones recibidas y brindarme la fuerza, entendimiento, voluntad para enfrentar los obstáculos de la vida y por hacer realidad este sueño.
Mi madre	Ninfa García Sandoval, por su apoyo, afecto incondicional, respaldo y confianza en alcanzar mis metas.
Mi padre	Rene Chavarría Alvarado (q. e. p. d), por sus enseñanzas, consejos y confianza hasta el último día de su vida.
Mi hermano	Mario Rene Chavarría García (q. e. p. d.), por su cariño, bondad, comprensión y creer siempre en mí hasta el último día.
Mi abuela	Delfa Sandoval Vega, por su cariño, cuidado y consejos.
Mi familia	En especial a mi tío Oscar Sandoval, por estar en los momentos buenos y malos, por su cariño a lo largo de toda la vida.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por brindarme la oportunidad de estudios a nivel superior y ser mi alma máter.
Facultad de Ingeniería	Por transmitirme los valiosos conocimientos para superarme y ser un profesional.
Colegio Salesiano Don Bosco	Por proporcionarme las bases de formación ética, educativa y religiosa.
Molinos Central-Helvetia y ECOQUIMSA	Por darme la oportunidad de desarrollar el camino de la ingeniería química.
Ing. Jorge Mario Estrada	Por su asesoría, compromiso y enseñanzas en el presente trabajo de graduación.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS	IX
GLOSARIO	XI
RESUMEN.....	XV
OBJETIVOS.....	XVII
Hipótesis	XVIII
INTRODUCCIÓN	XXI
1. ANTECEDENTES	1
2. MARCO TÉORICO.....	3
2.1. Sistema de calidad	3
2.1.1. Manual de calidad.....	3
2.1.2. Proceso de elaboración de un manual de calidad	4
2.2. Calidad del aire.....	5
2.3. Compuestos presentes en el aire	6
2.3.1. Partículas suspendidas.....	6
2.3.1.1. Muestreo de partículas	6
2.3.1.2. Material particulado de diámetro de 10µm.....	7
2.3.1.3. Material particulado de diámetro de 2,5µm.....	8
2.4. Norma de calidad del aire.....	8
2.4.1. Material particulado menor de 2,5 micrómetros.....	8
2.4.2. Material particulado menor de 10 micrómetros.....	8

2.4.3.	Concentración de dióxido de azufre	9
2.5.	Medidor de partículas finas PQ200	9
2.6.	Muestreador de gas RAC3.....	11
2.6.1.	Gases.....	11
2.6.2.	Precisión.....	12
2.6.3.	Diseño del RAC3.....	14
2.6.4.	Control de temperatura	14
2.6.5.	Funcionamiento.....	14
2.7.	Titulación.....	16
2.7.1.	Titulación volumétrica.....	16
2.8.	Espectrofotometría.....	17
2.8.1.	Espectrofotómetro.....	17
2.8.2.	Espectrofotómetro colorimétrico.....	17
2.9.	Método pararosanilina. Determinación de dióxido de azufre....	17
2.9.1.	Procedimiento	18
2.9.2.	Determinación de concentración de sulfito de sodio.....	19
2.9.3.	Especificaciones del espectrofotómetro	19
2.9.4.	Precisión y exactitud	20
2.10.	Método 2. Determinación de material particulado como PM ₁₀	21
2.10.1.	Principio.....	21
2.10.2.	Filtro para colección de muestra PM ₁₀	22
2.10.3.	Precisión y exactitud	22
2.11.	Método 3. Determinación de material particulado como PM _{2.5}	23
2.11.1.	Principio.....	23
2.11.2.	Filtro para colección de muestra PM _{2.5}	24
2.11.3.	Precisión.....	25

2.12.	Incertidumbre de la medición.....	25
2.12.1.	Sesgo relativo	26
2.12.2.	Incertidumbre relativa al material de referencia	27
2.12.3.	Incertidumbre de sesgo	28
2.12.4.	Incertidumbre estándar combinada	29
2.12.5.	Incertidumbre expandida	30
3.	DISEÑO METODOLÓGICO	31
3.1.	Variables.....	31
3.2.	Delimitación del campo de estudio	33
3.3.	Recursos humanos disponibles.....	34
3.4.	Recursos materiales disponibles	34
3.4.1.	Método de pararosnilina para determinación de dióxido de azufre	34
3.4.2.	Método de determinación de material particulado menor a 10 micrómetros de diámetro	39
3.4.3.	Método de determinación de material particulado menor a 2,5 micrómetros de diámetro	40
3.5.	Técnica cualitativa o cuantitativa	41
3.5.1.	Técnica cuantitativa para determinación de SO ₂ , PM ₁₀ y PM _{2.5}	41
3.5.2.	Técnica cuantitativa para determinación de incertidumbre	43
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información	47
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	49
3.7.1.	Procesamiento de la información para determinación de SO ₂	49

3.7.2.	Procesamiento de la información para determinación de PM10	50
3.7.3.	Procesamiento de la información para determinación de PM2.5.....	50
3.8.	Análisis estadístico.....	51
4.	RESULTADOS.....	53
4.1.	Incertidumbres	53
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	63
5.1.	Interpretación de los resultados método de pararosanilina (determinación de SO ₂).....	63
5.2.	Interpretación de los resultados método gravimétrico (determinación de PM10)	65
5.3.	Interpretación de los resultados método gravimétrico (determinación de PM _{2.5}).....	67
	LOGROS OBTENIDOS	69
	CONCLUSIONES.....	71
	RECOMENDACIONES	75
	BIBLIOGRAFÍA.....	77
	APÉNDICES.....	81

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Equipo para toma de muestras de aire modelo PQ 200.....	10
2.	Medición de material particulado.....	11
3.	Muestreador de gas RAC3.....	12
4.	RAC3 con bomba y manómetro al vacío.....	13
5.	Reacciones del método de pararosanilina	20
6.	Diagrama de flujo para evaluación de los tres métodos.....	41
7.	Comportamiento de incertidumbre de referencia del método de pararosanilina.....	54
8.	Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método de pararosanilina.....	54
9.	Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método de pararosanilina.....	55
10.	Comportamiento de incertidumbre combinada del método de pararosanilina.....	55
11.	Comportamiento de incertidumbre expandida del método de pararosanilina.....	56
12.	Comportamiento de incertidumbre de referencia del método gravimétrico, determinación PM ₁₀	57
13.	Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método gravimétrico, determinación PM ₁₀	57
14.	Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método gravimétrico, determinación PM ₁₀	58

15.	Comportamiento de incertidumbre combinada del método gravimétrico, determinación PM_{10}	58
16.	Comportamiento de incertidumbre expandida del método gravimétrico, determinación PM_{10}	59
17.	Comportamiento de incertidumbre de referencia del método gravimétrico, determinación $PM_{2.5}$	60
18.	Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método gravimétrico, determinación $PM_{2.5}$	60
19.	Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método gravimétrico, determinación $PM_{2.5}$	61
20.	Comportamiento de incertidumbre combinada del método gravimétrico, determinación $PM_{2.5}$	61
21.	Comportamiento de incertidumbre expandida del método gravimétrico, determinación $PM_{2.5}$	62

TABLAS

I.	Composición representativa de las partículas suspendidas.....	7
II.	Métodos de análisis y equipos de muestreo.....	16
III.	Definición operacional de variables y constantes del método de determinación de SO_2	31
IV.	Definición operacional de variables del método de determinación de material particulado (PM_{10}).....	32
V.	Definición operacional de variables del método de determinación de material particulado ($PM_{2.5}$).....	33
VI.	Equipo de laboratorio para el método de determinación de SO_2	35
VII.	Soluciones para el método de determinación de SO_2	35
VIII.	Observaciones de las soluciones para el método de determinación de SO_2	36

IX.	Cantidad a utilizar de volumen para curva de calibración.....	38
X.	Equipo de laboratorio del método para determinación material particulado (PM ₁₀).....	40
XI.	Equipo de laboratorio del método de determinación material particulado (PM _{2.5}).....	40
XII.	Símbolos a utilizar para cálculo de incertidumbre.....	43
XIII.	Valor teórico de incertidumbres del método de pararosanilina.....	43
XIV.	Valor teórico de incertidumbres del método gravimétrico para PM ₁₀	44
XV.	Valor teórico de incertidumbres del método gravimétrico para PM _{2.5}	44
XVI.	Incertidumbres del método de pararosanilina.....	53
XVII.	Incertidumbres método gravimétrico, determinación PM ₁₀	56
XVIII.	Incertidumbres método gravimétrico, determinación PM _{2.5}	59

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
H₂O	Agua
NH₃	Amoniaco
Cd	Cadmio
C	Constante
Cr	Cromo
SO₂	Dióxido de azufre
E	Error estimado
k	Factor de cobertura
°C	Grados Celsius
g	Gramos
Hf	Hervida y enfriada
H	Hora
U_{ref}	Incertidumbre de referencia
U_b	Incertidumbre de sesgo
U_c	Incertidumbre estándar combinada
U	Incertidumbre expandida
PM	Material particulado
PM_{2.5}	Material particulado menor a 2.5 micrómetros
PM₁₀	Material particulado menor a 10 micrómetros
m³	Metro cúbico
µg	Microgramo
µm	Micrómetro
ml	Mililitros

CO	Monóxido de carbono
RAC	Muestreador de dióxido de azufre
PQ200	Muestreador de material particulado
Nm	Nanómetros
Z	Nivel de confianza
N	Número de mediciones
SO_x	Óxidos de azufre
NO_x	Óxidos de nitrógeno
O₃	Ozono
PRA	Pararosanilina
ppm	Partes por millón
Pb	Plomo
pH	Potencial de Hidrógeno
P	Probabilidad de éxito
Q	Probabilidad de fracaso
\bar{X}	Promedio
B	Sesgo
H₂S	Sulfuro de Hidrógeno
TCM	Tetracloromercurato de potasio
C_{ref}	Valor de referencia
V	Variable
Zn	Zinc

GLOSARIO

Absorbancia	Cantidad de intensidad de luz que absorbe la muestra.
Absorción	Separación de uno o más componentes de una mezcla gaseosa a través de un solvente químico, con el que se forma una solución.
Bomba de vacío	Dispositivo que extrae moléculas de gas de un volumen sellado, formando un vacío parcial.
Calor	Cantidad de energía que expresa el movimiento de las moléculas que componen un cuerpo.
Colorimetría	Método que asiste en la cuantificación de los colores.
Complejo	Compuesto químico formado por la asociación de dos o más componentes unidos por enlace de coordinación.
EDTA	Ácido Etilendiaminotetracético.
EPA	Agencia de Protección Ambiental.

Espectrofotometría	Medición de la cantidad de energía radiante que absorbe un sistema químico en función de la longitud de onda.
DER	Desviación estándar relativa.
Gravimetría	Método analítico cuantitativo utilizado para determinar la cantidad de una sustancia midiendo su peso.
Manómetro	Instrumento de medición de presión de fluidos; determinan el valor de la presión relativa.
Micrómetro	Unidad de longitud equivalente a la millonésima parte del metro.
Molaridad	Medida de concentración que consiste en la cantidad de moles de sustancia en un litro de solución.
Oxidante	Compuesto químico que libera oxígeno u otra sustancia (bromo, cloro o fluoruro).
Presión	Cantidad de fuerza por unidad de área.
Presión barométrica	Presión ejercida por la atmósfera de la tierra en un punto dado, equivalente a la presión ejercida por una columna de mercurio.

Reacción química	Proceso por el cual los reactivos se transforman en otra u otras sustancias con propiedades diferentes (productos).
Sistema termoeléctrico	Sistema en donde el flujo de calor que lo recorre se relaciona con la corriente eléctrica que lo atraviesa.
Temperatura	Medida de energía térmica de la materia.
Térmico	Estado que está relacionado con la emisión y absorción de calor.

RESUMEN

El presente informe contiene la información necesaria de la evaluación de tres métodos de análisis químico de laboratorio. Estos se utilizaron para la determinación de dióxido de azufre y material particulado (PM_{10} y $PM_{2.5}$) siendo relacionados con parámetros de calidad del aire.

La razón por la que se evaluaron los métodos es para confirmar que son sometidos a un estricto control de mediciones y análisis. Son métodos confiables y seguros, dando a la empresa la seguridad de dar resultados de alta calidad.

Para la determinación de dióxido de azufre se realizó respecto al método de pararosanilina. En el método, el dióxido de azufre presente en el aire reaccionó con tetracloromercurato de potasio para formar un complejo estable de clorosulfonatomercurato. Durante el análisis subsecuente, el complejo se hizo reaccionar con tinte de pararosanilina y formaldehído, para formar un ácido de pararosanilina metil sulfónico intensamente coloreado.

La densidad óptica de esta especie se determinó con espectrofotometría a 548 nm y está directamente relacionada con la cantidad de SO_2 recolectada. La concentración de SO_2 se calculó como el total de masa colectada dividida por el volumen de aire muestreado y es expresada en microgramos por metro cúbico ($\mu g/m^3$).

Para el material particulado, tanto para PM_{10} como $PM_{2.5}$ se determinaron por gravimetría. En este método las fracciones de tamaño de partícula

suspendidas fueron recolectadas y separadas por filtros en el equipo de muestreo. Los filtros fueron pesados antes y después del material de recolección.

Mediante la diferencia de estos pesos se estableció el peso del material particulado. La concentración de masa se calculó como el total de masa colectada de partículas dividido por el volumen de aire muestreado y es expresada en microgramos por metro cúbico ($\mu\text{g}/\text{m}^3$).

Después de realizar las corridas experimentales, se procedió a calcular la incertidumbre de las mediciones. Esto mediante ecuaciones detalladas paso a paso, basadas en un análisis estadístico de los métodos. Se concluyó que las incertidumbres se encuentran en los rangos establecidos.

OBJETIVOS

General

Evaluar tres métodos de análisis químico de laboratorio en la determinación de parámetros de calidad del aire en una empresa ecológica-química.

Específicos

1. Establecer la incertidumbre del método de análisis químico en la medición de concentración de dióxido de azufre.
2. Determinar la incertidumbre del método de análisis químico para la medición de concentración de material particulado, PM_{10} .
3. Determinar la incertidumbre del método de análisis químico en la medición de la concentración de material particulado, $PM_{2.5}$.
4. Comparar las incertidumbres determinadas respecto a los valores límite para concluir su validez.

Hipótesis

- Hipótesis de trabajo 1

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio para la determinación de parámetros de calidad del aire utilizando el método de pararosanilina para dióxido de azufre pueden ser mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis estadística 1

- Hipótesis nula (H_{01})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método de pararosanilina para dióxido de azufre no son mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis alternativa (H_{a1})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método de pararosanilina para dióxido de azufre son mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis de trabajo 2

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para PM_{10} , pueden ser mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis estadística 2

- Hipótesis nula (H_{02})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para PM_{10} , no son mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis alternativa (H_{a2})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para PM_{10} , son mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis de trabajo 3

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para $PM_{2.5}$ pueden ser mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis estadística 3
- Hipótesis nula (H_{03})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para $PM_{2.5}$, no son mayores de los respectivos valores límite.

- Hipótesis alternativa (H_{a3})

Los valores de las incertidumbres en la evaluación del método de análisis químico de laboratorio, para la determinación de parámetros de calidad del aire, utilizando el método gravimétrico para $PM_{2.5}$, son mayores de los respectivos valores límite.

INTRODUCCIÓN

Durante la última década ha existido un crecimiento en el nivel de aseguramiento de la calidad, previo a realizar cualquier actividad. En la actualidad el aseguramiento de la calidad y los sistemas de gestión de calidad se han vuelto muy relevantes.

Para ser más competitivos, las empresas han tenido que reconocer la importancia de la calidad. Además del hecho de que solo puede llegarse a alcanzar mediante una organización eficiente y compromiso para resolver las distintas características de calidad requeridas.

Para esto se tiene la opción de acreditar las mediciones de los parámetros de calidad del aire. Esto permitirá a la empresa tener un valor agregado de competitividad.

La evaluación proporcionó un sistema comprensivo de documentación, muestreo, análisis de laboratorio, mediciones e incertidumbres. Esto le permitirá a la empresa proporcionar un resultado positivo y así certificar las mediciones que realizan.

El desarrollo del presente trabajo estableció la evaluación de las mediciones realizadas por la empresa para que a mediano plazo puedan implementarse y llegar a obtener la certificación de las mediciones de los parámetros de la calidad del aire. Con ello, hace que la empresa se enfoque en la mejora continua para poder mantener su competitividad y logre ser una empresa rectora en las mediciones realizadas.

1. ANTECEDENTES

Existen determinados estudios que sirven como fundamento y punto de partida. Se considera la evaluación de los métodos de análisis químicos, de las mediciones de parámetros de calidad del aire. Los estudios más destacados son:

- El informe *Estudio preliminar de evaluación de la calidad del aire, en la ciudad Saltillo, Coahuila, México* presentado en diciembre de 1986 por Roberto Ramírez Leal, en la Facultad de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Nuevo León.

El estudio comprendió los compuestos de azufre, nitrógeno y metales pesados (Pb, Cr, Cd y Zn) producidos en la ciudad antes mencionada. Se realizó mediante análisis químicos y ambientales obtenidos a partir de equipo de muestreo de alto volumen. Con este estudio el autor concluye sobre la calidad de aire, basado en los criterios de México.

- Angélica María Manrique y Diana Marcela Ossa presentaron el trabajo de grado: *Validación de los métodos espectrofotométricos para la determinación de SO_x y NO_x en muestras de aire* en la Escuela de Química, Facultad de Tecnología de la Universidad Tecnológica de Pereira, Colombia en 2010.

El trabajo de graduación describe la manera y el procedimiento utilizados para ser validados los métodos para análisis de dióxido de azufre y óxidos de nitrógeno en muestras de aire. Estos métodos son: método de

tetracloruromercurato/pararosanilina para análisis de dióxido de azufre y método colorimétrico para análisis de dióxido de nitrógeno.

- El trabajo de graduación *Caracterización de la calidad del aire en el sector industrial y propuesta de herramientas de medida* presentada por Xiomara Jiménez Muñoz en junio de 2011, en la Universidad Politécnica de Catalunya, España.

El trabajo comprendió el análisis de diferentes herramientas de medidas químicas y ambientales de la calidad del aire, ella seleccionó los criterios para la utilización de las herramientas y propuso aplicar las herramientas de medida a un caso de estudio.

- El artículo de investigación científica y tecnológica presentado por la docente investigadora, magister en ingeniería química, Astrid Altamar de la Universidad Libre de Colombia, titulado *Estudio de la contaminación atmosférica generada por óxidos de azufre, óxidos de nitrógeno y material particulado en un sector de la ciudad de Bogotá*.

El artículo muestra la primera fase del proyecto que consiste en la determinación de los objetivos de monitoreo, selección de los contaminantes atmosféricos y selección de las técnicas. Esto para la determinación de la concentración de dióxido de azufre, dióxido de nitrógeno y material particulado.

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Sistema de calidad

Los procedimientos documentados del sistema de la calidad deben formar la documentación básica. Esta es utilizada para la planificación general y la gestión de las actividades que tienen impacto sobre la calidad, también deben cubrir todos los elementos aplicables del sistema de calidad. Estos procedimientos deben describir los aspectos que afectan la calidad, como deben efectuar las diferentes actividades, la documentación que se debe utilizar y los controles que se deben aplicar.

2.1.1. Manual de calidad

Este debe referirse a procedimientos documentados del sistema de la calidad destinados a planificar y desarrollar el conjunto de actividades que afectan la calidad dentro de una organización. El manual debe cubrir todos los elementos aplicables de la norma del sistema de calidad requerida para una organización.

Los manuales de calidad son elaborados y utilizados para:

- Comunicar políticas de calidad, procedimientos y requisitos de la empresa.
- Describir e implementar un sistema de calidad eficaz.
- Suministrar control adecuado de las prácticas y facilitar las actividades de aseguramiento.

- Suministrar las bases documentales para las auditorías.

Aunque no hay estructura ni formato requerido para los manuales de calidad, existen métodos para asegurar que el tema este orientado y ubicado adecuadamente. Uno de estos sería fundamentar las secciones del manual de la calidad con los elementos de la norma que rige el sistema.

2.1.2. Proceso de elaboración de un manual de calidad

- Responsabilidad de elaboración: el proceso en cuanto a la elaboración con la asignación de un organismo delegado competente. Las actividades reales de redacción y transcripción deben ser ejecutadas y controladas por dicho organismo o por varias unidades funcionales individuales, según sea apropiado. Ayudar a identificar aquellas áreas en las cuales existan deficiencias en el sistema de la calidad que deban ser contempladas y corregidas.
- Referencias, exactitud y adecuación: siempre que sea apropiado se debe incorporar la referencia a normas o documentos que existen y estén disponibles para el usuario del manual de la calidad. El organismo competente delegado debe asegurar que el esquema del manual de la calidad sea exacto y completo. Además que la continuidad y el contenido del mismo sean adecuados.
- Proceso de aprobación, emisión y control del manual de la calidad.
- Revisión y aprobación final: antes de que el manual sea emitido, el documento debe ser revisado por profesionales responsables para asegurar la claridad, exactitud, adecuación y estructura apropiada. La

emisión de este manual debe ser aprobado por la persona responsable de su implementación y cada copia de este debe llevar una evidencia de su autorización.

- Incorporación de cambios: se debe diseñar un método para proveer la propuesta, elaboración, revisión, control e incorporación de cambios en el manual. Al procesar cambios se debe aplicar el mismo proceso de revisión y aprobación utilizado al desarrollar el manual básico.

2.2. Calidad del aire

La buena o mala calidad del aire está relacionada con diversos y complejos factores. Entre ellos: tipo de relieve, reacciones químicas de los contaminantes en la atmósfera y su dispersión, actividades económicas y el uso y aprovechamiento de la tecnología.

La calidad del aire está determinada por su composición. La presencia o ausencia de diversas sustancias y sus concentraciones son los principales factores determinantes de la calidad del aire. Debido a esto, la calidad del aire se expresa mediante la concentración de contaminantes, la presencia de microorganismos o la apariencia física. Ejemplos de contaminantes que son importantes indicadores de la calidad del aire son el dióxido de azufre¹ y las partículas del polvo.

¹División de contaminación de Aire EPA, Publicación de salud pública No. 999-AP-13, Emisiones atmosféricas de ácido sulfúrico en procesos de manufactura, 1965.

2.3. Compuestos presentes en el aire

Para regularlos existen normativas específicas internacionales, que establecen los límites de concentraciones permisibles de cada uno, a lo largo de cierto período de tiempo. El monitoreo de estos contaminantes sirve para evaluar la calidad del aire². Siendo estos:

- Partículas suspendidas (PM₁₀ y PM_{2.5})
- Dióxido de azufre (SO₂)
- Dióxido de nitrógeno (NO₂)
- Ozono (O₃)
- Monóxido de carbono (CO)

2.3.1. Partículas suspendidas

Estas se componen de sólidos y gotas líquidas que se encuentran en el aire. Pueden ser suficientemente grandes como para ser detectadas a simple vista o mucho más pequeñas que el diámetro de un cabello humano. La masa ambiental de PM es una mezcla compleja muy dependiente de las características de la fuente.

2.3.1.1. Muestreo de partículas

Este se hace por lo general en dos rangos. Según el tamaño: las PM_{2.5}, partículas finas, cuyos diámetros son iguales o inferiores a 2,5 micrómetros (µm). Las PM₁₀, que comprenden las partículas finas y a las que se agregan partículas gruesas con diámetros aerodinámicos de hasta 10 µm.

² División de contaminación de Aire EPA, Publicación de salud pública No. 999-AP-13, Emisiones atmosféricas de ácido sulfúrico en procesos de manufactura, 1965.

Dependiendo de su tamaño, las partículas se comportan de manera distinta en la atmósfera: las más pequeñas se pueden mantener suspendidas durante largos periodos y viajar cientos de kilómetros. Las partículas más grandes no se sostienen en el aire mucho tiempo porque tienden a depositarse cerca de su lugar de origen.

Tabla I. **Composición representativa de las partículas suspendidas**

	Partículas ásperas (PM₁₀)	PM_{2.5}
¿Qué son?	Humo, tierra y polvo tóxicos de las fábricas, la agricultura y caminos. Polen, esporas, mohos.	Compuestos orgánicos y metales pesados.
¿Qué las produce?	Molienda y aplastamiento de rocas	Fundiendo (purificando) y procesando metales.

Fuente: Ministerio de medio ambiente de Canadá. *El mosaico de América del norte*.
www3.cec.org/islandora/en/item/991-north-american-mosaic-overview-key-environmental-issues-es.pdf. Consulta: diciembre de 2014.

2.3.1.2. Material particulado de diámetro de 10µm

Se definen como aquellas partículas sólidas o líquidas de polvo, cenizas, hollín, partículas metálicas, cemento o polen, dispersas en la atmósfera y cuyo diámetro varía entre 2,5 y 10 µm. Están formadas principalmente por compuestos inorgánicos como silicatos y aluminatos, metales pesados entre otros y material orgánico asociado a partículas de carbono (hollín). Se caracterizan por poseer un pH básico debido a la combustión no controlada de materiales.

2.3.1.3. Material particulado de diámetro de 2,5µm

Son partículas finas. Las fuentes de partículas finas incluyen todo tipo de combustión, incluyendo automóviles, plantas de energía, quema de madera, incendios forestales y algunos procesos industriales.

2.4. Norma de calidad del aire

La Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA) estableció ambientales estándares de calidad del aire nacionales en 1997 y los revisó en 2006. El estándar de corto plazo (24 horas) es de 35 µg/m³ aire y el estándar a largo plazo es de 15 µg/m³ aire.

2.4.1. Material particulado menor de 2,5 micrómetros

- Normas de calidad del aire de EE. UU. (EPA)³
- Concentración promedio para 24 horas, 65 µg/m³
- Concentración promedio anual 15,0 µg/m³
 - El percentil 98^{vo} del valor para 24 horas (µg/m³). Este valor no debe exceder la norma de EPA para 24 horas (65 µg/m³). El valor del percentil es más alto que el 98 por ciento de los valores para 24 horas del año.
 - Media aritmética de los valores para 24 h/año. Este valor no debe exceder la norma anual de EPA (15 µg/m³).

2.4.2. Material particulado menor de 10 micrómetros

- Normas de calidad del aire de EE.UU. (EPA)⁴.

- Concentración promedio para 24 horas, 150,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Este nivel no puede ser excedido en más de un día por año, después de compensar por los días en que no ocurrió el monitoreo.
- Concentración promedio anual 50,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.
 - 2^{do} máxima 24-hr
Segunda concentración promedio más alta para 24 horas (en $\mu\text{g}/\text{m}^3$) para el año. Este valor, redondeado a los 10 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ más cercanos, no debe exceder la norma de EE.UU. para 24 horas (150.0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$).

2.4.3. Concentración de dióxido de azufre

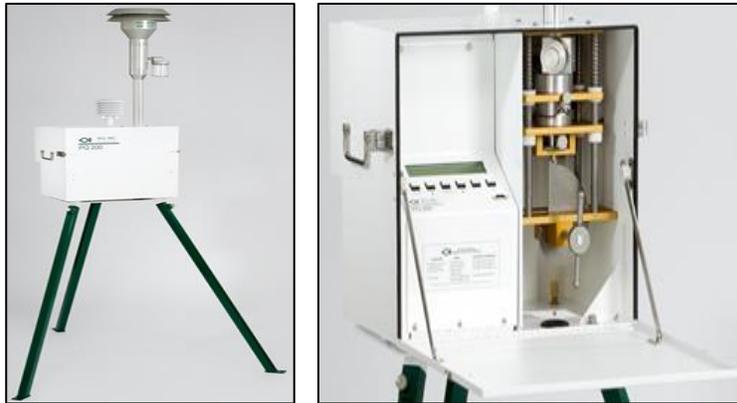
- Normas de calidad del aire de EE.UU. (EPA)
- Concentración promedio para 24 horas – 0,14 ppm. Este nivel no puede excederse más de un día por año.
- Concentración anual promedio – 0,030 ppm.
 - 2^{do} máx. 24-hr
Segunda concentración promedio más alta para 24 horas (en ppm) para el año. Este valor, redondeado a las 0,01 ppm más cercanas, no debe exceder la norma de EE.UU. para 24 horas (0,14 ppm).

2.5. Medidor de partículas finas PQ200

El medidor está diseñado para satisfacer criterios rigurosos para la evaluación de muestras de 24 horas de ambiente partículas finas, de acuerdo al país de los Estados Unidos del Ambiente Nacional de Normas de Calidad del Aire.

Mediciones de temperatura y presión barométrica ambiental se realizan en condiciones reales de la muestra. Posee un microprocesador y el sistema de control de flujo volumétrico se integra para mantener los parámetros de muestreo precisos. Mientras que los datos de muestreo se registran continuamente en la memoria del procesador.

Figura 1. **Equipo para toma de muestras de aire modelo PQ 200**



Fuente: Ministerio de Medio Ambiente de Canadá. *El mosaico de América del norte*.
www3.cec.org/islandora/en/item/991-north-american-mosaic-overview-key-environmental-issues-es.pdf. Consulta: diciembre de 2014.

Figura 2. **Medición de material particulado**



Fuente: Ministerio de Medio Ambiente de Canadá. *El mosaico de América del norte*.
www3.cec.org/islandora/en/item/991-north-american-mosaic-overview-key-environmental-issues-es.pdf. Consulta: diciembre de 2014.

2.6. **Muestreador de gas RAC3**

Es un sistema químico húmedo que muestrea el aire ambiente hasta tres gases contaminantes diferentes simultáneamente. Dispone de un sistema termoelectrónico para asegurar la máxima precisión de muestreo de SO₂.

2.6.1. **Gases**

El muestreador mide dióxido de azufre (SO₂), dióxido de nitrógeno (NO₂), sulfuro de hidrógeno (H₂S), amoníaco (NH₃) y otros gases contaminantes. Para ellos existe un reactivo adecuado (solución absorbente).

El sistema está diseñado para recoger muestras de SO₂, NO₂ y un tercer gas (opcional) simultáneamente. Los componentes modulares permiten cambios fáciles en la configuración del tren de muestreo, a excepción de SO₂, (estación 1). Cumple con las especificaciones del método de referencia para el muestreo del SO₂, en el aire ambiente EPA de los Estados Unidos.

2.6.2. Precisión

En las pruebas realizadas por la EPA de Estados Unidos, la precisión de los procedimientos de muestreo químico-húmedo de SO₂ se ve afectada negativamente por las altas temperaturas ambientales. A 50 °C, por ejemplo, aproximadamente el 75 % del SO₂ en una muestra recogida o almacenada se perderá debido a la inestabilidad térmica dentro de un período de 24 horas.

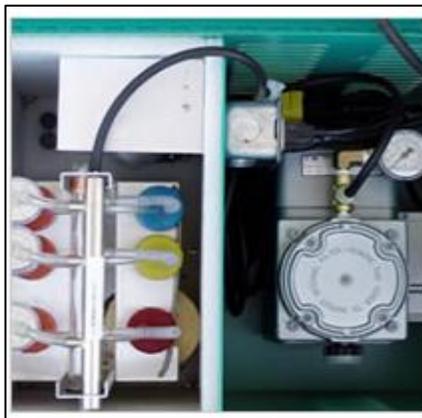
Figura 3. **Muestreador de gas RAC3**



Fuente: Ministerio de Medio Ambiente de Canadá. *El mosaicode América del norte*.
www3.cec.org/islandora/en/item/991-north-american-mosaic-overview-key-environmental-issues-es.pdf. Consulta: diciembre de 2014.

La degradación de la muestra comienza a 20 °C, intervalo, con un factor de pérdida inicial de aproximadamente 0,9 % en 24 horas y progresa a un ritmo creciente a medida que aumenta la temperatura ambiente. La velocidad de desintegración aumenta cinco veces por cada 10 °C de aumento de temperatura. El muestreador RAC3 elimina este problema.

Figura 4. **RAC3 con bomba y manómetro al vacío**



Fuente: Ministerio de Medio Ambiente de Canadá. *El mosaico de América del norte*.
www3.cec.org/islandora/en/item/991-north-american-mosaic-overview-key-environmental-issues-es.pdf. Consulta: diciembre de 2014.

Cuenta con un robusto sistema de refrigeración-calefacción de estado sólido termoeléctrico. Este mantiene la temperatura del burbujeador y el reactivo SO₂ entre 5 y 25 °C en un rango de temperatura ambiente desde -25 hasta 50 °C.

Como resultado, todas las muestras de SO₂ recogidas durante un ciclo de muestreo se conservan para una óptima exactitud de la evaluación de la muestra. Esto por el método de química normalizada en húmedo y procedimientos espectrofotométricos.

2.6.3. Diseño del RAC3

El sistema de muestreo posee un diseño autónomo incluye un gabinete de acero pesado con una tapa con bisagras con cierre superior, dos compartimentos separados en el interior.

El tren preensamblado se completa con el sistema termoeléctrico y un conjunto de calentador controlado por termostato. En el se instalan en un compartimiento aislado, la bomba de vacío, manómetro de vacío y la caja de conexiones eléctricas están instaladas en el segundo compartimiento. Que cuenta con rejillas que están en tres lados para disipación de calor.

2.6.4. Control de temperatura

El burbujeador de SO₂ está encerrado en una camisa aislante y su temperatura se controla entre 5 y 25 °C únicamente por el sistema de refrigeración-calefacción termoeléctrica. Para evitar que los reactivos en los otros dos burbujeadores de la congelación durante el tiempo frío. Una temperatura constante (variable) por encima de 16 °C se mantiene en el compartimiento de aislamiento por el calentador integral, que no afecta a la temperatura del burbujeador aislado SO₂.

2.6.5. Funcionamiento

En la bomba de vacío extrae el aire ambiente a través de la protección contra la lluvia cónica y el tubo de entrada. El colector de entrada divide el flujo de aire en volúmenes iguales que fluyen a través de PTFE. Cada burbujeador tiene una tapa de dos agujeros con un tubo burbujeador de vidrio estándar. La

muestra de aire pasa a través de estos tubos en 50 mililitros de reactivo contenido en cada burbujeador.

Después de burbujear a través del reactivo, el aire agota a través de la tubería de Tygon conectado al puerto de salida en la tapa. Cada corriente de muestra pasa entonces a través de otro burbujeador de polipropileno que contiene un separador de partículas de espuma seguido de un filtro de membrana.

Esta disposición de doble trampa protege los orificios críticos de humedad y otros arrastres y ayuda a mantener la operación continua de flujo completo para una eficiencia óptima de muestreo. Las corrientes de aire depurado a continuación, fluyen a través de los orificios críticos para el colector de escape y se descargan a través de la bomba.

Después de que se complete un ciclo de muestreo, el conjunto de tren de muestreo se retira del refugio. Los tubos del reactivo se eliminan de la cremallera y las tapas de dos agujeros, se sustituyen con tapas roscadas a prueba de fugas sólidas. Estos son llevados al laboratorio para su análisis de contenidos de acuerdo con los procedimientos adecuados. Los tubos que contienen muestras de gas térmicamente inestables, tales como SO_2 , se transmitirán en contenedores refrigerados.

Tabla II. **Métodos de análisis y equipos de muestreo**

Parámetro	Método de análisis	Equipo de muestreo
PM 10- Concentración de material particulado menor de 10 micrómetros	Método gravimétrico de referencia de aprobación de la EPA.	BGI Incorporated – Omni frm (filter reference method). BGI Incorporated – Model PQ200 Air Sampler.
PM 2.5 – Concentración material particulado menor de 2.5 micrómetros	Método gravimétrico de referencia de aprobación de la EPA.	BGI Incorporated – Omni frm (filter reference method). BGI Incorporated -model PQ 200 Air Sampler.
SO ₂	Pararosanilina. Método de referencia US EPA	New Star Environmental – RAC3 Gas Sampler

Fuente: Agencia de Protección Ambiental. *Manual de Aseguramiento de Calidad para Sistemas de Medición de Contaminación, del Aire. Volumen I. p. 94.*

2.7. Titulación

Método de análisis químico cuantitativo que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo. Un reactivo llamado valorante se utiliza para que reaccione con una solución del analito, en donde se determina la cantidad exacta que se ha consumido para alcanzar el punto final. El punto final es el punto en el que finaliza la titulación y se determina mediante el uso de un indicador.

2.7.1. Titulación volumétrica

Se realiza la medición del volumen de una solución de concentración conocida que se necesita para reaccionar con el analito. La titulación se lleva al cabo añadiendo lentamente una solución patrón a la solución con analito hasta que la reacción sea completa. En algunas es necesario realizar una titulación por retroceso en donde se añade un exceso conocido de reactivo estándar a la

disolución, luego se valora el exceso³. Este método es útil si el punto final de la valoración por retroceso es más fácil de identificar que el punto final de la valoración normal.

2.8. Espectrofotometría

Se refiere a los métodos cuantitativos de análisis químico que utilizan la luz para medir la concentración de las sustancias químicas. Se conocen como métodos espectrofotométricos y según sea la radiación utilizada como espectrofotometría de absorción visible (colorimetría), ultravioleta, infrarroja.

2.8.1. Espectrofotómetro

Instrumento que permite comparar la radiación absorbida o transmitida por una solución, que contiene una cantidad desconocida de soluto, y una que contiene una cantidad conocida de la misma sustancia.

2.8.2. Espectrofotómetro colorimétrico

Se caracteriza porque utiliza filtros que solo permiten el paso de una determinada longitud de onda.

2.9. Método pararosanilina. Determinación de dióxido de azufre

Este método provee una medición de la concentración de dióxido de azufre en el aire del ambiente. Esto para determinar el cumplimiento de los estándares de calidad nacionales, primarios y secundarios, del aire del ambiente, para óxidos de azufre (dióxido de azufre). El método es aplicable

³ SKOOG, D. et. at. *Química Analítica*. p. 50 - 52

para la medición de concentraciones de SO₂ en el ambiente, utilizando periodos de muestreo de 24 horas.

2.9.1. Procedimiento

El método de la pararosanilina⁴, adoptado como el de referencia por la US Environmental Protection Agency (EPA) en la US Clean Air Act, se describe detalladamente en el Federal Register. Primero se absorbe el dióxido de azufre de una corriente de aire mediante una solución de tetracloromercurato de potasio.

Se origina un complejo de clorosulfonatomercurato, que resiste la oxidación por el oxígeno del aire. Dicho complejo, una vez formado, es estable a los oxidantes fuertes, tales como ozono y óxidos de nitrógeno. Durante el análisis subsecuente, el complejo se hace reaccionar con tinte de pararosanilina ácida-blanqueada y formaldehído, para formar el ácido de pararosanilina metil sulfónico intensamente coloreado.

El método no es una determinación absoluta, en el sentido que requeriría la concentración de dióxido de azufre. Que se habría de calcular de las lecturas mediante las reglas de la química y física.

La intensidad del color del compuesto formado está directamente relacionada con la cantidad de SO₂ absorbido, siendo medida con la ayuda de un espectrofotómetro a una longitud de onda de 548 nm.

⁴ URONS, P., et. at. *Técnicas trazables sobre contaminación del aire, aparatos y estudios de dióxido de azufre, métodos colorimétricos y conductométricos*. p. 37.

Para cada muestra de los reactivos y muestras de aire se ha de trazar una curva de calibración que relacione la concentración de dióxido de azufre con la absorbancia; la relación es lineal. Se efectúa la calibración empezando con soluciones de tetracloromercurato (TCM) a los que se añaden cantidades conocidas de sulfito de sodio en vez de hacer burbujear aire que contiene dióxido de azufre.

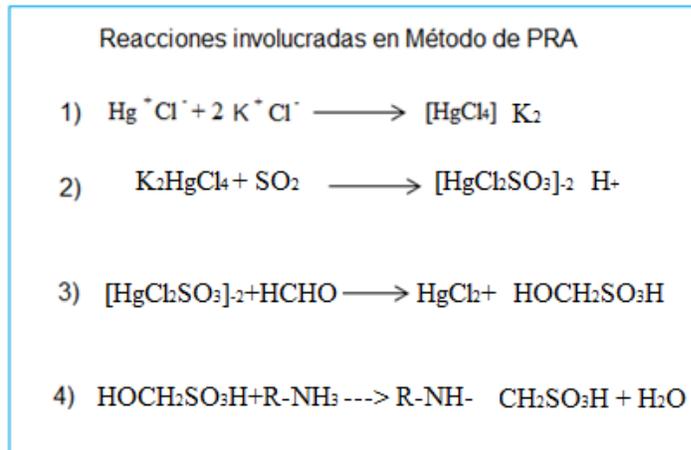
2.9.2. Determinación de concentración de sulfito de sodio

Para la determinación de la concentración de sulfito de sodio se determina agregando exceso de yodo y titulando por retroceso con la solución estándar de tiosulfato de sodio. Para la titulación por retroceso, pipetear la solución de yodo a cada uno de los frascos (A y B). Al frasco A (blanco) agregar agua y al frasco B (muestra) pipetear la solución de sulfito, ambas el mismo volumen. Titular con tiosulfato de sodio la solución en cada uno de los frascos hasta un color amarillo pálido. Agregar a la solución de almidón y continuar la titulación hasta que desaparezca el color azul.

2.9.3. Especificaciones del espectrofotómetro

Un espectrofotómetro adecuado para la medición de absorbancia a 548 nm con un ancho de banda espectral efectivo menor a 15 nm se requiere para este análisis. La calibración de la longitud de onda se debe verificar en la recepción inicial. Respecto a las celdas del espectrofotómetro, un set de celdas de 1 cm de longitud de trayectoria es adecuado para el uso en la región visible durante el análisis.

Figura 5. **Reacciones del método de pararosanilina**



Fuente: Agencia de Protección Ambiental. *Manual de Aseguramiento de Calidad para Sistemas de Medición de Contaminación del Aire. Volumen I.* p. 94.

2.9.4. Precisión y exactitud

Los resultados de las pruebas de colaboración basados en el análisis de pruebas de SO_2 en aire utilizando el procedimiento de muestreo de 24 horas y el procedimiento de calibración con sulfito-TCM muestran que⁵:

- La reproducibilidad varía linealmente con concentraciones desde $\pm 18,1 \mu\text{g}/\text{m}^3$ a niveles de $100 \mu\text{g}/\text{m}^3$ hasta $\pm 103,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$ a niveles de $400 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- El método posee un sesgo de concentración dependiente, que se convierte significativa al nivel de confianza del 95 %. Los valores observados tienden a ser menores al valor esperado de $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

⁵ Método Núm. 6 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA)

- El método tiene una incertidumbre de sesgo de 4.6 %.
- La incertidumbre combinada varía con la concentración, siendo esta menor o igual a 2,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.
- Respecto a la incertidumbre expandida menor o igual a 2,5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.10. Método 2. Determinación de material particulado como PM₁₀

Este método establece la concentración de material particulado con un diámetro aerodinámico menor o igual a un diámetro nominal de 10 micrómetros (PM₁₀) en un período de 24 horas para propósitos de determinación y mantenimiento de estándares de calidad del aire. La muestra de PM₁₀ puede ser sujeta a subsecuentes análisis físicos o químicos.

2.10.1. Principio

El método adoptado como el de referencia por la US Environmental Protection Agency (EPA) en la US Clean Air Act, se describe detalladamente en el Federal Register. El método de referencia para la determinación de los niveles de PM₁₀ es el gravimétrico.

Un muestreador aspira aire del ambiente a una velocidad de flujo constante en una entrada en forma especialmente. Es aquí donde la materia particulada en suspensión se separa por inercia en una o más fracciones de tamaño dentro del intervalo de tamaño de PM₁₀.

Cada fracción de tamaño en el rango de tamaño de PM₁₀ se recoge entonces en un filtro separado durante el período de muestreo especificado.

En el laboratorio, cada filtro se pesa (después de equilibrar la humedad), antes y después de su uso para determinar el peso neto (masa) de PM₁₀ recogido.

El volumen total de aire muestreado, medida a la temperatura ambiente real y la presión, se determina a partir de la tasa de flujo medido y el tiempo de muestreo. La concentración másica de PM₁₀ en el aire ambiente se calcula como la masa total de partículas recogidas en el rango de tamaño de PM₁₀, dividido por el volumen de aire muestreado, y es expresado en microgramos por metro cúbico ($\mu\text{g}/\text{m}^3$).

2.10.2. Filtro para colección de muestra PM₁₀

Filtros fabricados que posean las siguientes características⁶:

- Tamaño. Diámetro circular 46,2 mm \pm 0,25 mm.
- Material. Politetrafluoroetileno (teflón PTEE) con soporte integral.
- Rango de humedad. 20 % a 45 % RH
- Tamaño del poro. 10 μm como medida de ASTM 316-94.
- Grosor del filtro. De 30 a 50 μm .

2.10.3. Precisión y exactitud

La precisión del muestreador⁷ de PM₁₀ debe ser 5 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ para las concentraciones de PM₁₀ por debajo de 80 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ y 7 % de las concentraciones de PM₁₀ por encima de 80 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

⁶ EPA Guías de medición de calidad de aire. *Monitoreo de Aire Ambiente PM₁₀ métodos equivalentes de referencia o de Clase I.*

⁷ Método Núm. 5 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Debido a que el tamaño de las partículas que componen la materia particulada varía en un amplio intervalo y la concentración de partículas de tamaño. Es difícil definir la precisión absoluta del muestreador de PM_{10} .

- El método posee un sesgo de concentración menor a $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- Incertidumbre de referencia es menor a $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- El método tiene una incertidumbre de sesgo menor a $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- La incertidumbre combinada menor a $2,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.
- Respecto a la incertidumbre expandida, tiene un intervalo de $0 \mu\text{g}/\text{m}^3$ a $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.11. Método 3. Determinación de material particulado como $PM_{2.5}$

Este método establece la concentración de material particulado con un diámetro aerodinámico menor o igual a un diámetro nominal de 2,5 micrómetros ($PM_{2.5}$). En un período de 24 horas para propósitos de determinación y mantenimiento de estándares de calidad del aire. La muestra puede ser sujeta a subsecuentes análisis físicos o químicos.

2.11.1. Principio

El método adoptado como el de referencia por la US Environmental Protection Agency (EPA) en la US Clean Air Act, se describe detalladamente en el Federal Register. El método de referencia para la determinación de los niveles de $PM_{2.5}$ es el gravimétrico.

Un muestreador aspira aire del ambiente a una velocidad de flujo constante. Esto en una entrada en forma especialmente donde la materia

particulada en suspensión se separa por inercia en una o más fracciones de tamaño dentro del intervalo de tamaño de $PM_{2.5}$.

Cada fracción de tamaño en el rango de tamaño de $PM_{2.5}$ se recoge entonces en un filtro separado durante el período de muestreo especificado.

En el laboratorio, cada filtro se pesa (después de equilibrar la humedad), antes y después de su uso para determinar el peso neto (masa) de $PM_{2.5}$ recogido. El volumen total de aire muestreado, medida a la temperatura ambiente real y la presión, se determina a partir de la tasa de flujo medido y el tiempo de muestreo.

La concentración másica de $PM_{2.5}$ en el aire ambiente se calcula como la masa total de partículas recogidas en el rango de tamaño de $PM_{2.5}$. Esto dividido por el volumen de aire muestreado, y expresado en microgramos por metro cúbico ($\mu g/m^3$).

2.11.2. Filtro para colección de muestra $PM_{2.5}$

Filtros fabricados que posean las siguientes características:

- Tamaño: diámetro circular $46,2 \text{ mm} \pm 0,25 \text{ mm}$.
- Material: politetrafluoroetileno (teflón PTEE) con soporte integral.
- Soporte de aro: polimetilpentano (PMP) o material inerte equivalente; $0,38 \pm 0,04$ de grosor, fuera del diámetro $46,2 \text{ mm} \pm 0,25$ y ancho de $3,68 \text{ mm}$.
- Tamaño del poro: $2 \mu\text{m}$ como medida de ASTM 316-94.
- Grosor del filtro: de 30 a $50 \mu\text{m}$.

- Máxima presión (filtro limpio): 30 cm de columna H₂O @ 16,67 L/min flujo de aire limpio.

2.11.3. Precisión

La precisión del muestreador⁸ de PM_{2.5} debe ser 5 µg/m³ para las concentraciones de PM_{2.5} por debajo de 80 µg/m³ y 7 % de las concentraciones de PM_{2.5} por encima de 80 µg/m³.

Debido a que el tamaño de las partículas que componen la materia particulada varía en un amplio intervalo y la concentración de partículas de tamaño, es difícil definir la precisión absoluta del muestreador de PM_{2.5}.

- El método posee un sesgo de concentración de 0 a 5 µg/m³
- Incertidumbre de referencia menor a 1 µg/m³
- El método tiene una incertidumbre de sesgo menor a 5 µg/m³
- La incertidumbre combinada es menor a 2,5 µg/m³
- Respecto a la incertidumbre expandida, menor a 5,0 µg/m³

2.12. Incertidumbre de la medición

Los laboratorios de ensayo deben tener y aplicar procedimientos para estimar la incertidumbre. En algunos casos, la naturaleza del método de ensayo puede excluir un cálculo riguroso, metrológicamente y estadísticamente válido, de la incertidumbre de medición.

⁸ EPA. Guías de medición de calidad de aire. *Monitoreo de Aire Ambiente PM_{2.5} métodos equivalentes de referencia o de Clase I.*

El grado de rigor necesario en una estimación de la incertidumbre de la medición depende de factores tales como:

- Requisitos del método de ensayo.
- Existencia de límites estrechos en los que se basan las decisiones sobre la conformidad con una especificación.

En los casos en los que un método especifique límites, para los valores de las principales fuentes de incertidumbre de la medición y detalle la forma de presentación de los resultados calculados, se considera que el laboratorio ha cumplido satisfactoriamente este requisito; si sigue el método de ensayo y las instrucciones para informar los resultados.

Cuando se estima la incertidumbre de la medición se deben tener en cuenta todos los componentes de la incertidumbre que sean de importancia en la situación dada. Esto utilizando los métodos de análisis apropiados.

2.12.1. Sesgo relativo

Es un tipo de error que aparece en resultados de investigaciones. Esto puede deberse a factores que dependen de la recolección de datos que pudieran conducir a conclusiones que pueden ser verdaderas o falsas.

El sesgo se determina mediante la siguiente ecuación:

$$\% b = \frac{(\bar{X} - C_{REF})}{C_{REF}}$$

Donde

% b = sesgo relativo

\bar{X} = promedio

C_{REF} = valor certificado

Para el método de pararosanilina utilizado en la determinación de dióxido de azufre el sesgo relativo es menor a $2 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Respecto a la determinación de material particulado es menor al $5 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.12.2. Incertidumbre relativa al material de referencia

Un material de referencia certificado es un material donde una o más de sus propiedades están certificadas por un procedimiento. Este establece su trazabilidad a una realización de la unidad en la que se expresan los valores de la propiedad. Cada valor certificado viene acompañado de su incertidumbre a un nivel declarado de confianza.

Los materiales de referencia certificados generalmente se preparan en lotes. Los valores de la propiedad se determinan dentro de las incertidumbres declaradas por medio de medidas, sobre muestras representativas del lote completo.

Por lo tanto, la incertidumbre relativa al material de referencia es expresada como:

$$U_{Cref} = \frac{U_{ref}}{k}$$

Donde

U_{Cref} = incertidumbre relativa de referencia

U_{ref} = incertidumbre de referencia

k = factor de cobertura (k = 2)

Para el método de pararosanilina utilizado en la determinación de dióxido de azufre la incertidumbre de referencia es menor a $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Respecto a la determinación de material particulado es menor a $1 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.12.3. Incertidumbre de sesgo

En el análisis de datos numéricos generalmente pueden tener errores que tienen que ver con la falta de precisión o de exactitud.

Se llama incertidumbre a la falta de precisión y sesgo a la falta sistemática de exactitud, ya sea menor o mayor de la cantidad exacta. El manejo de la incertidumbre puede realizarse mediante distribuciones de probabilidad, en tanto el manejo de la inexactitud, mediante rangos o intervalos.

La incertidumbre de sesgo es expresada como:

$$U_b = \sqrt{b^2 + DER_b^2 + U_{ref}^2}$$

Donde

U_b = incertidumbre de sesgo

b = sesgo relativo

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo

U_{ref} = incertidumbre de referencia

Para el método de pararosanilina utilizado en la determinación de dióxido de azufre la incertidumbre de sesgo es menor a $3,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Respecto a la determinación de material particulado menor a $5,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.12.4. Incertidumbre estándar combinada

Es la incertidumbre estándar del resultado de una medición cuando el resultado se obtiene de los valores de otras cantidades, y es igual a la raíz cuadrada positiva de una suma de términos. Estos son las varianzas o covarianzas de estas otras cantidades ponderadas de acuerdo al resultado de la medición, pues varía con cambios en estas cantidades.

La incertidumbre estándar combinada es expresada como:

$$U_c = \sqrt{(U_b)^2 + (U_{RW})^2}$$

Donde

U_c = incertidumbre estándar combinada

U_b = incertidumbre estándar del sesgo

U_{RW} = incertidumbre de reproducibilidad

Para el método de pararosanilina utilizado en la determinación de dióxido de azufre la incertidumbre combinada menor a $2,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Respecto a la determinación de material particulado menor a $2,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

2.12.5. Incertidumbre expandida

Es una cantidad que define un intervalo alrededor del resultado de una medición. Se espera abarque una fracción grande de la distribución de valores que se podrían atribuir razonablemente al mensurando.

La incertidumbre expandida es expresada de la siguiente forma:

$$U = k * U_c$$

Donde

U = incertidumbre expandida

k = factor de cobertura (k=2)

U_c = incertidumbre estándar combinada

Para el método de pararosanilina utilizado en la determinación de dióxido de azufre la incertidumbre expandida menor a 5,0 µg/m³. Respecto a la determinación de material particulado es menor a 4,0 µg/m³.

3. DISEÑO METODOLÓGICO

Esta sección es donde se realiza la presentación de las directrices que rigen la investigación. Sirven como parámetros para establecer todas las condiciones para implementar cualquier tipo de mecanismo, sobre los procesos de medición.

3.1. Variables

A continuación se presenta una tabla donde se especifican las variables independientes y dependientes.

Tabla III. **Definición operacional de variables y constantes del método de determinación de SO₂**

Descripción	C/V	Independiente	Dependiente	Controlable	No Controlable
Masa de bisulfito de sodio	C	X		X	
Volumen de agua	C	X		X	
Masa de ácido sulfámico	C	X		X	
Volumen de formaldehído	C	X		X	
Masa de cloruro de mercurio	C	X		X	
Masa de cloruro de potasio	C	X		X	
Potencial de hidrógeno	C		X		X
Volumen de solución estándar de sulfato de sodio	C	X		X	
Volumen de tetracloromercurato de potasio	C	X		X	

Continuación de la tabla III.

Volumen de solución sulfito-TCM	C	X		X	
Volumen de muestras de SO ₂	C	X		X	
Volumen de ácido sulfámico	C	X		X	
Volumen de 1-Butanol	C	X		X	
Volumen de pararosanilina hidrocloreuro	C	X		X	
Volumen de pararosanilina	C	X		X	
Volumen de solución patrón de yodo	C	X		X	
Masa de almidón	C	X		X	
Masa de ácido salicílico	C	X		X	
Volumen de solución de yodo	C	X		X	
Volumen de ácido fosfórico	C	X		X	
Tiempo de reacción	C	X		X	
Tiempo de muestreo	C	X		X	
Absorbancia	V		X		X
Flujo de aire	V		X		X
Volumen de aire	V		X		X
Concentración SO ₂	V		X		X

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. **Definición operacional de variables del método de determinación de material particulado (PM₁₀)**

Descripción	Independiente	Dependiente	Controlable	No Controlable
Masa del filtro antes de muestreo	X			X
Masa de filtro después de muestreo		X		X

Continuación de la tabla IV.

Tiempo de muestreo	X		X	
Caudal de aire	X			X
Volumen de aire		X		X
Concentración PM ₁₀		X		X

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Definición operacional de variables del método de determinación de material particulado (PM_{2.5})**

Descripción	Independiente	Dependiente	Controlable	No Controlable
Masa del filtro antes de muestreo	X			X
Masa de filtro después de muestreo		X		X
Tiempo de muestreo	X		X	
Caudal de aire	X			X
Volumen de aire		X		X
Concentración PM _{2.5}		X		X

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación del campo de estudio

Campo: calidad del aire

Lugar: Laboratorio Ecológico y Químico S. A.

Proyecto: Evaluación de tres métodos de análisis químico de laboratorio en la determinación de parámetros de calidad del aire en una empresa ecológica-química.

3.3. Recursos humanos disponibles

Investigador: Estuardo Alejandro Chavarría García

Asesor: Ing. Jorge Mario Estrada Asturias

3.4. Recursos materiales disponibles

A continuación se describe los recursos materiales disponibles.

3.4.1. Método de pararosanilina para determinación de dióxido de azufre

- Reactivos⁹
 - Bisulfito de sodio
 - Agua
 - Ácido sulfámico
 - Formaldehido
 - Cloruro de mercurio
 - EDTA
 - Cloruro de potasio
 - Solución estándar de tiosulfato de sodio
 - 1-Butanol
 - Pararosanilina hidrocioruro
 - Ácido fosfórico
 - Solución estándar de yodo

⁹ Método Núm. 6 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA)

- Almidón soluble
- Equipo de laboratorio

Tabla VI. **Equipo de laboratorio para el método de determinación de SO₂**

Cantidad	Equipo de laboratorio	Especificación
1	Balanza	---
8	<i>Beacker</i>	100 ml
1	Balón volumétrico	500 ml
4	Balón volumétrico	100 ml
4	Balón volumétrico	50 ml
6	Balón volumétrico	25 ml
3	Pipeta	10.0 ml
1	Pipeta	5.0 ml
1	Pipeta	2.0 ml
2	Pipeta	1.0 ml
1	Pipeta	0.5 ml
1	Espectrofotómetro	---
1	Bureta	---

Fuente: elaboración propia.

- Preparación de soluciones

Tabla VII. **Soluciones para el método de determinación de SO₂**

Solución o Reactivo	Preparación	Reactivo	Cantidad
Solución TCM 0,04M	1 litro	HgCl ₂	10,86 gramos
		EDTA	0,066 gramos
		KCl	6,0 gramos
Ácido sulfámico 0,6%	50 mililitros	Ácido sulfámico	0,3 gramos
Formaldehído 0,2%	100 mililitros	Formaldehído 37%	0,5 mililitros

Continuación de la tabla VII.

Solución de yodo 0,01N	250 mililitros	Solución estándar de yodo 0,1N	25 mililitros
Indicador almidón	250 mililitros	Almidón soluble	0,4 gramos
		Ácido salicílico	0,2 gramos
Ácido clorhídrico 0,1N	250 mililitros	Ácido clorhídrico	21,5 mililitros
Solución de tiosulfato de Sodio 0,01N	100 mililitros (agua hf)	Tiosulfato de sodio estándar 0,1N	10 mililitros
Solución de sulfito de sodio	100 mililitros (agua hf)	Metabisulfito de sodio	0,06 gramos
Solución de sulfito-TCM	50 mililitros (TCM)	Solución de sulfito de sodio	1 mililitro
Solución de sulfito-TCM diluida	50 mililitros (TCM)	Solución de sulfito-TCM	5 mililitros
Solución de pararosanilina 0,02%	150 mililitros	1-Butanol	100 mililitros
		PRA hidrocioruro	100 miligramo
Reactivo pararosanilina	250 mililitros	Solución PRA	20 mililitros
		Ácido fosfórico	25 mililitros

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Observaciones de las soluciones para el método de determinación de SO₂**

Solución o Reactivo	Observaciones	Uso
Solución TCM 0,04 M	Solución 0,04M de tetracloromercurato de potasio	50 ml para muestras Diluciones de Sulfito
Ácido sulfámico 0,6%	Preparar en cada análisis	1 ml para cada balón
Formaldehído 0,2%	Preparar para cada análisis	2 ml para cada balón
Solución de yodo 0,01N	25 ml de solución estándar de yodo 0,1N y aforar a 250 ml	Analito en titulación de blanco y duplicado (50 ml cada una)
Indicador almidón		Indicador en titulación
Ácido clorhídrico 0,01N		Para aforar PRA en proceso de decantación
Solución de tiosulfato de sodio 0,01N	Preparar con agua desmineralizada, hervida y enfiada	Titulante
Solución de sulfito de sodio	Preparar con agua destilada, hervida y enfiada. * 50 ml de solución yodo + 25 ml de solución sulfito + 1ml de almidón	Analito. (Titular)
Solución de sulfito-TCM	1 ml solución sulfito + Aforar con TCM 0,04M	

Continuación de la tabla VIII.

Solución de sulfito-TCM diluida	5 ml de solución sulfito-TCM + Aforar con solución 0,04M	
Solución de pararosanilina 0,02%	Proceso de separación	
Reactivo pararosanilina	Almacenar en lugar fresco y oscuro. 20 ml de solución PRA 0.02% + ácido fosfórico 3M + aforar con agua	

Fuente: elaboración propia.

- Determinación de la concentración de sulfito de sodio

Realizar dos titulaciones, pipetear 50mL de la solución de yodo 0,01N a cada uno de dos frascos (A y B). Al frasco A (blanco) agregar 25 mL de agua destilada y al frasco B (muestra) 25 mL de la solución de sulfito. Tapar los frascos y permitir que se asienten por 5 minutos. Preparar la solución sulfito-TCM de trabajo inmediatamente antes de agregar la solución de yodo a los frascos. Utilizando una bureta que contenga el titulante tiosulfato de sodio estandarizado 0,01N, titular la solución en cada uno de los frascos hasta un color amarillo pálido. Luego agregar 5 mL de la solución de almidón y continuar la titulación hasta que desaparezca el color azul.

- Espectrofotómetro a utilizar

Un espectrofotómetro adecuado para la medición de absorbancia a 548 nm con un ancho de banda espectral efectivo menor a 15 nm se requiere para este análisis. La calibración de la longitud de onda se debe verificar en la recepción inicial. Respecto a las celdas del espectrofotómetro, un set de celdas de 1 cm de longitud de trayectoria son adecuadas para el uso en la región visible durante el análisis.

- Curva de calibración

Preparar una solución de sulfito-TCM diluyendo 10mL de la solución sulfito-TCM de trabajo a 100mL con el reactivo absorbente TCM. A partir de la tabla siguiente, pipetear, con precisión, los volúmenes de las soluciones sulfito-TCM a series de frascos volumétricos de 25 mL. Agregar el absorbente TCM como se indica, para llevar el volumen de cada frasco a 10mL.

Tabla IX. **Cantidad a utilizar de volumen para curva de calibración**

Solución sulfito-TCM	Volumen de solución sulfito-TCM (mL)	Volumen de TCM (mL)
Solución de trabajo	4,0	6,0
Solución de trabajo	3,0	7,0
Solución de trabajo	2,0	8,0
Solución de trabajo diluida	10,0	0,0
Solución de trabajo diluida	5,0	5,0
Solución de trabajo diluida	0,0	10,0

Fuente: División de contaminación de Aire EPA, Publicación de salud pública. *Emisiones atmosféricas de ácido sulfúrico en procesos de manufactura*, p. 15.

Agregar a cada frasco volumétrico 1mL de ácido sulfámico, con precisión pipetear 2 mL de la solución de formaldehído y luego agregar 5 mL de la solución de pararosanilina. Iniciar un cronómetro que se ha fijado por 30 minutos. Aforar todos los frascos con agua destilada que se haya sido recientemente hervida y enfriada, mezclar completamente. Se debe desarrollar el color (durante el periodo de 30 minutos).

Después de 30 minutos, determinar la absorbancia de cada estándar a 548 nm contra una referencia de agua destilada. Marcar esta absorbancia como A. Agua destilada se utiliza en la celda de referencia en lugar del blanco

reactivo debido a la sensibilidad a la temperatura del blanco. Calcular la cantidad total de microgramos de SO₂ en cada solución.

Se determina una ecuación de calibración utilizando el método lineal de mínimos cuadrados. La cantidad total de microorganismos de SO₂ contenidos en cada solución, es la variable x y la absorbancia corregida, asociada con cada solución, es la variable y. Para que la calibración sea válida, la pendiente debe estar en el rango de 0.030 ± 0.002 unidad de absorbancia/ $\mu\text{g SO}_2$; el intercepto, determinado por el método lineal de mínimos cuadrados, debe ser igual o menor a 0.170 unidad de absorbancia cuando el color se ha desarrollado; y el coeficiente de correlación debe ser mayor a 0.998. Si no se cumplen estos criterios, podría ser el resultado de un tinte impuro o una estandarización inapropiada de la solución sulfito-TCM.

De igual forma realizar el procedimiento para la determinación de la concentración de muestras recolectadas de dióxido de azufre. La ecuación de la recta es utilizada para la determinación de SO₂.

3.4.2. Método de determinación de material particulado menor a 10 micrómetros de diámetro

En la siguiente tabla se muestra el equipo de laboratorio utilizado para la determinación de PM10¹⁰

¹⁰ Método Núm. 5 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Tabla X. **Equipo de laboratorio del método para determinación material particulado (PM₁₀)**

Cantidad	Equipo de laboratorio	Especificación
	Filtros	Diámetro: 46,2 mm ± 0,25 mm. Material: politetrafluoroetileno (teflón PTEE) Humedad: 20 % a 45 % RH Tamaño poro: 10µm como medida de ASTM 316-94. Grosor: 30 a 50 µm
1	Balanza	Resolución de ± 0,000001 g
1	Desecadora	---

Fuente: elaboración propia.

3.4.3. Método de determinación de material particulado menor a 2,5 micrómetros de diámetro

En la siguiente tabla se muestra el equipo de laboratorio utilizado para la determinación de PM_{2.5}¹¹

Tabla XI. **Equipo de laboratorio del método de determinación material particulado (PM_{2.5})**

Cantidad	Equipo de laboratorio	Especificación
	Filtros	Diámetro: 46,2 mm ± 0,25 mm Material: politetrafluoroetileno (teflón PTEE) Tamaño poro: 2µm como medida de ASTM 316-94. Grosor filtro: 30 a 50 µm.
1	Balanza	Resolución de ± 0,000001 g
1	Desecadora	---

Fuente: elaboración propia.

¹¹ Método Núm. 5 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa

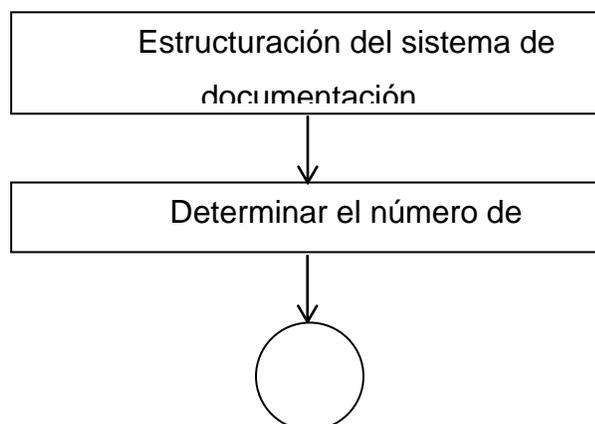
Se describe el procedimiento para la obtención de los datos y el algoritmo a utilizar para realizar la evaluación del método de determinación de dióxido de azufre, $PM_{2.5}$, PM_{10} .

3.5.1. Técnica cuantitativa para determinación de SO_2 , PM_{10} y $PM_{2.5}$

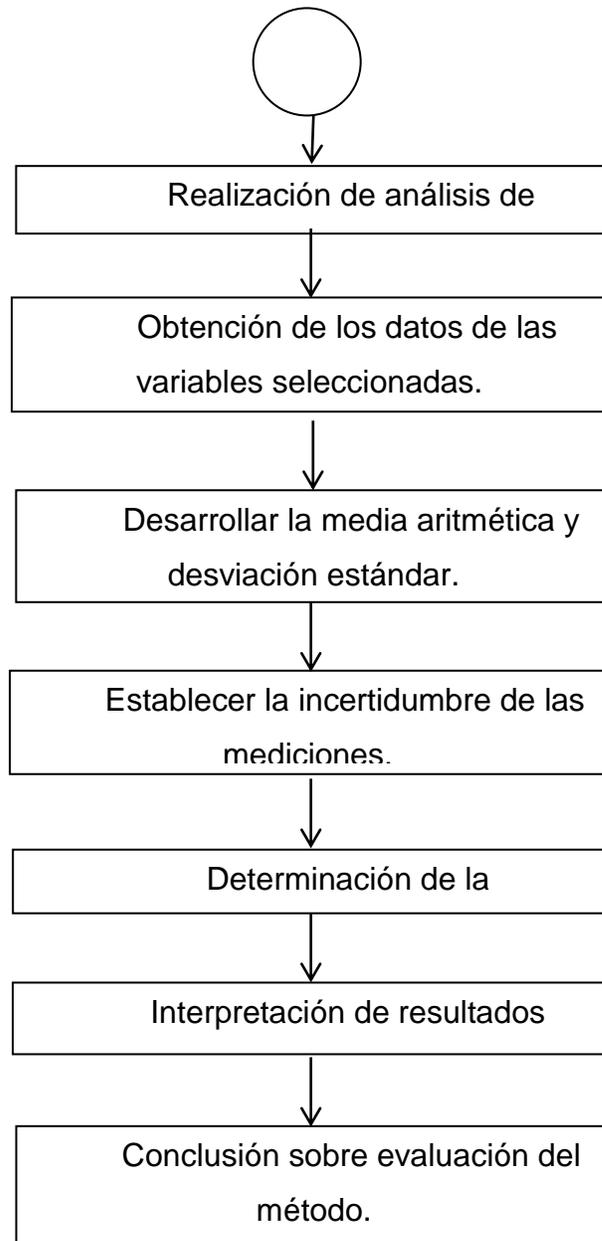
La evaluación proporcionará un trabajo de campo, muestreo, análisis de laboratorio, mediciones e incertidumbres que le permitirán a la empresa, para proporcionar un resultado positivo y así certificar las mediciones que realizan.

A continuación se presentan los pasos a seguir para desarrollar la evaluación para la determinación de dióxido de azufre y material particulado ($PM_{2.5}$ y PM_{10}). El diagrama representa la estrategia para alcanzar los objetivos planteados.

Figura 6. Diagrama de flujo para evaluación de los tres métodos



Continuación de la figura 6.



Fuente: elaboración propia.

3.5.2. Técnica cuantitativa para determinación de incertidumbre

A continuación se describen la nomenclatura de los símbolos para el cálculo de las incertidumbres.

Tabla XII. **Símbolos a utilizar para cálculo de incertidumbre**

Símbolo	Descripción
U_b	Incertidumbre estándar de sesgo
B	Sesgo relativo
\bar{X}	Promedio
C_{ref}	Valor certificado
DER_{MRC}	Desviación estándar relativa al sesgo
DER	Desviación estándar relativa
DER_b^2	Varianza estándar relativa al sesgo
N	Número de mediciones
U_{ref}	Incertidumbre de referencia
K	Factor de cobertura ($k = 2$)
U_C	Incertidumbre combinada
U_{RW}	Incertidumbre
U	Incertidumbre expandida.

Fuente: elaboración propia.

Tabla XIII. **Valor teórico de incertidumbres del método de pararosanilina**

Símbolo	Descripción	Valor
B	Sesgo relativo	Menor a $2,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$
U_{ref}	Incertidumbre material referencia	Menor a $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$
U_b	Incertidumbre estándar de sesgo	Menor a $3,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$
U_C	Incertidumbre combinada	Menor a $2,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$
U	Incertidumbre expandida	Menor a $5,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$

Fuente: Método Núm. 6 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Tabla XIV. **Valor teórico de incertidumbres del método gravimétrico para PM₁₀**

Símbolo	Descripción	Valor
B	Sesgo relativo	Menor a 5,0 µg/m ³
U _{ref}	Incertidumbre material referencia	Menor a 0,5 µg/m ³
U _b	Incertidumbre estándar de sesgo	Menor a 4,0 µg/m ³
U _C	Incertidumbre combinada	Menor a 2,0 µg/m ³
U	Incertidumbre expandida	Menor a 4,0 µg/m ³

Fuente: Método Núm. 5 de Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Tabla XV. **Valor teórico de incertidumbres del método gravimétrico para PM_{2.5}**

Símbolo	Descripción	Valor
B	Sesgo relativo	Menor a 5,0 µg/m ³
U _{ref}	Incertidumbre material referencia	Menor a 0,5 µg/m ³
U _b	Incertidumbre estándar de sesgo	Menor a 4,0 µg/m ³
U _C	Incertidumbre combinada	Menor a 2,0 µg/m ³
U	Incertidumbre expandida	Menor a 4,0 µg/m ³

Fuente: Método Núm. 5 de Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Cálculos preliminares

A continuación se muestra la determinación paso a paso de las incertidumbres.

- Cálculo de sesgo relativo

$$b = \frac{(\bar{X} - C_{REF})}{C_{REF}}$$

Donde

b = sesgo relativo [-]

\bar{X} = promedio [microgramo por metro cúbico]

C_{REF} = valor certificado [microgramo por metro cúbico]

- Desviación estándar relativa al sesgo

$$DER_{MRC} = \frac{DER}{C_{REF}}$$

Donde

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [micro gramo por metro cúbico]

DER = desviación estándar [microgramo por metro cúbico]

C_{REF} = valor certificado [microgramo por metro cúbico]

- Varianza relativa al sesgo

$$DER_b^2 = \frac{DER_{MRC}^2}{n}$$

Donde

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [-]

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [microgramo por metro cúbico]

n = número de valores [-]

- Incertidumbre relativa al material de referencia

$$U_{Cref} = \frac{U_{ref}}{k}$$

Donde

U_{Cref} = incertidumbre relativa de referencia [microgramo por metro cúbico]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramo por metro cúbico]

k = factor de cobertura [k = 2]

- Incertidumbre de sesgo

$$U_b = \sqrt{b^2 + DER_b^2 + U_{ref}^2}$$

Donde

U_b = incertidumbre de sesgo [microgramo por metro cúbico]

b = sesgo relativo [micro gramo por metro cúbico]

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [microgramo por metro cúbico]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramo por metro cúbico]

- Incertidumbre estándar combinada

$$U_c = \sqrt{(U_b)^2 + (U_{RW})^2}$$

Donde

U_c = incertidumbre estándar combinada [microgramo por metro cúbico]

U_b = incertidumbre estándar del sesgo [microgramo por metro cúbico]

U_{RW} = incertidumbre [microgramo por metro cúbico]

- Incertidumbre expandida

$$U = k * U_c$$

Donde

U = incertidumbre expandida [microgramo por metro cúbico]

k = factor de cobertura [k = 2]

U_c = incertidumbre estándar combinada [microgramo por metro cúbico]

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

- Determinación de las muestras a tomar y número de corridas a realizar.

Debido a que los resultados deben ser precisos, se trata de disminuir los posibles errores utilizando un número de corridas adecuadas a realizar. Para llevar a cabo lo anterior se utilizará una confiabilidad de 1,99, una probabilidad de éxito del 95 % por lo que la probabilidad de fracaso es 5 % y se estima un error de 6,5 %.

$$N = \frac{Z^2 * P * Q}{E^2}$$

Donde

N = número de corridas.

Z = 1,99 (nivel de confianza del 99%)

P = 0,95 (probabilidad de éxito)

Q = 0,05 (probabilidad de fracaso)

E = 6,5 % (error estimado)

Sustituyendo datos en la ecuación se obtiene:

$$N = \frac{(1,99)^2 * 0,95 * 0,05}{(0,065)^2} = 44,52 \approx 45$$

Por lo tanto, la cantidad de corridas que se obtendrán será de 45.

El ordenamiento de la información es en el laboratorio. Esto es utilizando tablas que son diseñadas con el objeto de contener toda la información necesaria del proceso de evaluación.

Determinación de dióxido de azufre

A continuación se detallan las soluciones utilizadas para la determinación de dióxido de azufre¹²

- Procedimiento
 - Solución de tetraclomercurato de potasio
 - Solución de ácido sulfámico
 - Solución diluida de formaldehído
 - Solución de yodo
 - Solución indicadora de almidón
 - Solución de ácido clorhídrico
 - Solución de tiosulfato de sodio de trabajo
 - Solución de sulfito de sodio
 - Solución de sulfito-TCM
 - Solución diluida de sulfito-TCM
 - Purificación de solución patrón de pararosanilina

¹² Método Núm. 6 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

Determinación de PM₁₀ y PM_{2.5}

A continuación se detallan los pasos utilizados para la determinación de material particulado¹³.

Procedimiento

- Pesar el filtro antes de muestreo
- Pesar el filtro después de muestreo
- Determinación de diferencia de pesos

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

La tabulación y ordenamiento de la información se realizó en el laboratorio mediante tablas específicas. Estas tablas sirvieron de inicio para el desarrollo trabajo y se encuentran en el área de anexos.

3.7.1. Procesamiento de la información para determinación de SO₂

A continuación la información necesaria para la obtención de los resultados relacionados con la determinación de dióxido de azufre:

- Realización de las corridas.
- Establecimiento de las variables para el método de determinación de concentración de SO₂.
- Tabulación y ordenamiento de datos mediante tablas.
- Determinación de la incertidumbre en las mediciones.

¹³ Método Núm. 5 de la Agencia de Protección Ambiental de Estados Unidos (EPA).

- Definición del sistema de documentación para los análisis sujetos a estudio.
- Presentación de los resultados obtenidos.

3.7.2. Procesamiento de la información para determinación de PM10

A continuación la información necesaria para la obtención de los resultados relacionados con la determinación de PM10:

- Realización de las corridas.
- Establecimiento de las variables para el método de determinación de concentración de PM₁₀.
- Tabulación y ordenamiento de datos mediante tablas.
- Determinación de la incertidumbre en las mediciones.
- Definición del sistema de documentación para los análisis sujetos a estudio.
- Presentación de los resultados obtenidos.

3.7.3. Procesamiento de la información para determinación de PM2.5

A continuación la información necesaria para la obtención de los resultados relacionados con la determinación de PM2.5:

- Realización de las corridas.
- Establecimiento de las variables para el método de determinación de concentración de PM_{2.5}.

- Tabulación y ordenamiento de datos mediante tablas.
- Determinación de la incertidumbre en las mediciones.
- Definición del sistema de documentación para los análisis sujetos a estudio.
- Presentación de los resultados obtenidos.

Lo descrito en el procesamiento de la información es la marcha lógica que se seguirá en el análisis y representa una parte de lo que se obtendrá con los resultados.

3.8. Análisis estadístico

La empresa cuenta con 11 análisis químicos de calidad del aire de los cuales se seleccionaron 3. Estos 3 análisis químicos serán objeto de estudio y sobre ellos se desarrollarán las pruebas experimentales y se obtendrán los resultados de cada análisis (SO₂, PM10, PM2.5).

Según el estudio se realizarán 45 corridas de cada uno de estos análisis químicos. Estos 45 corridas brindaran la información requerida para la evaluación de los 3 métodos.

Todos los datos que se obtendrán se utilizarán para realizar la evaluación de cada uno de los análisis químicos: la determinación de la incertidumbre del método de determinación de SO₂ y del método de determinación de material particulado (PM10 y PM2.5).

4. RESULTADOS

A continuación se presentan las incertidumbres obtenidas a partir del análisis de la data recolectada y tratada mediante los métodos descritos anteriormente.

4.1. Incertidumbres

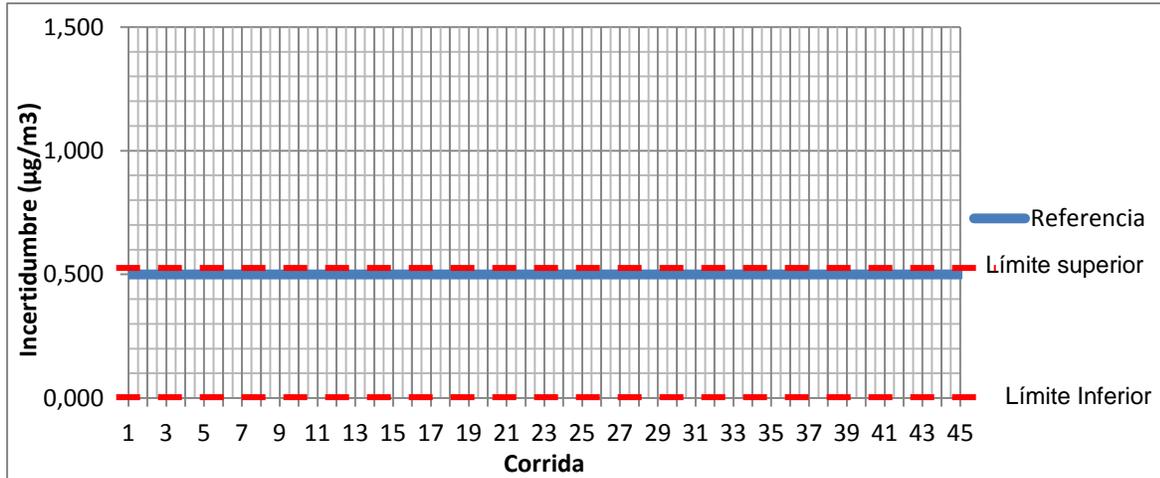
Se presentan una serie de gráficas que permiten visualizar el comportamiento de las incertidumbres determinadas. Así también, tablas correspondientes donde se muestran los promedios de las incertidumbres de referencia, reproducibilidad, sesgo, combinada y expandida, para cada uno de los métodos evaluados. En cada método se realizaron 45 mediciones, para brindar seguridad en la obtención de una mayor exactitud.

Tabla XVI. **Incertidumbres del método de pararosanilina**

	Promedio ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Máximo ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Mínimo ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)	Valor teórico ($\mu\text{g}/\text{m}^3$)
I. Referencia	0,500	0,500	0,500	< 0,5
I. Reproducibilidad	1,000	1,000	1,000	< 1,0
I. Sesgo	0,905	1,673	0,279	< 3,5
I. Combinada	1,374	1,949	1,078	< 2,5
I. Expandida	2,749	3,898	2,155	< 5,0

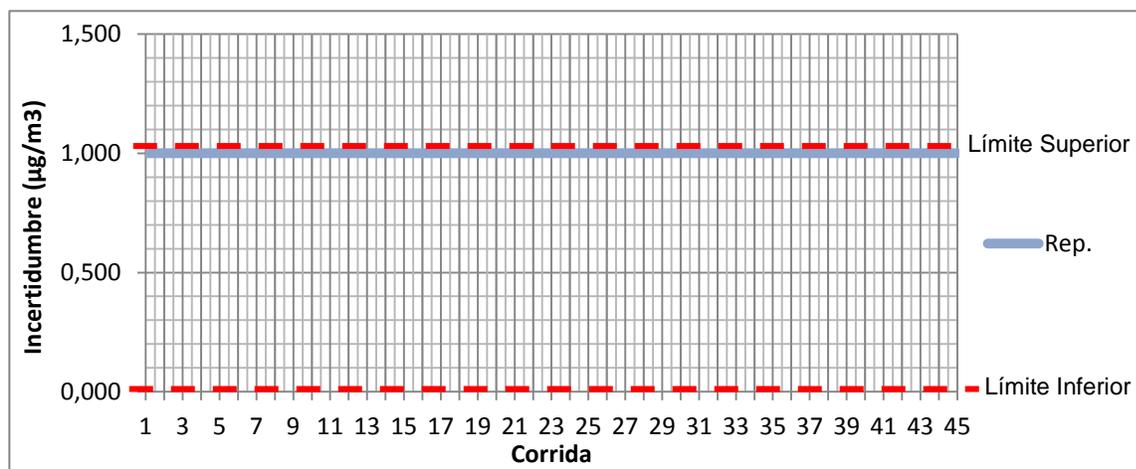
Fuente: elaboración propia.

Figura 7. **Comportamiento de incertidumbre de referencia del método de pararosanilina**



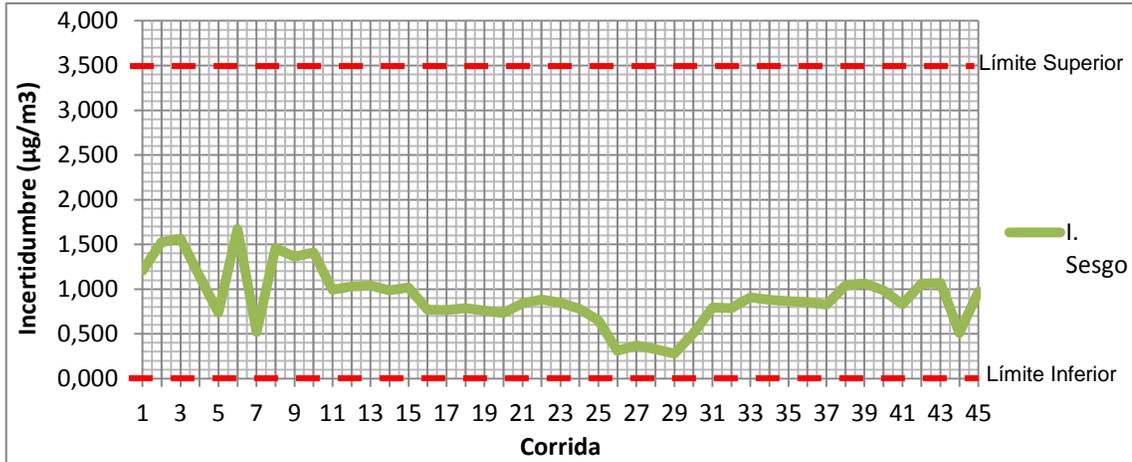
Fuente: elaboración propia.

Figura 8. **Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método de pararosanilina**



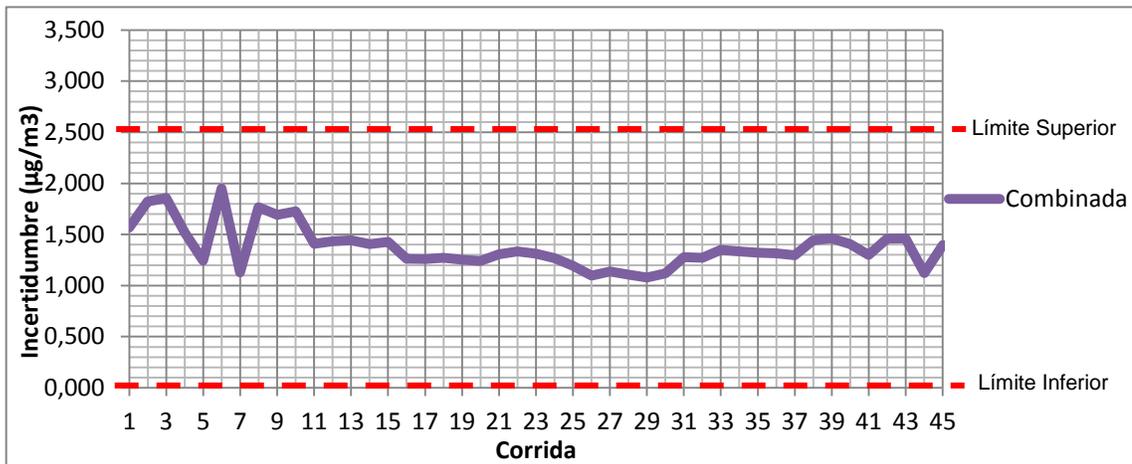
Fuente: elaboración propia.

Figura 9. **Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método de pararosanilina**



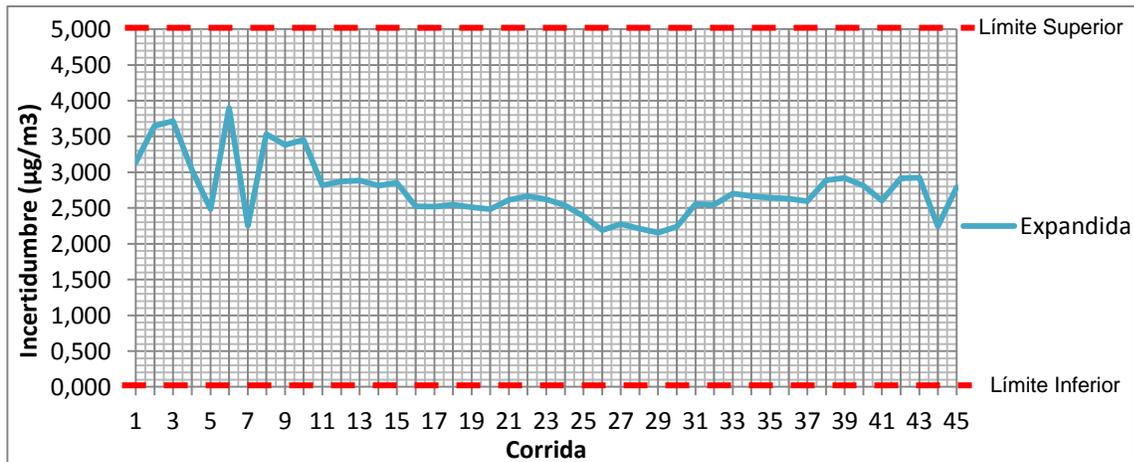
Fuente: elaboración propia.

Figura 10. **Comportamiento de incertidumbre combinada del método de pararosanilina**



Fuente: elaboración propia.

Figura 11. Comportamiento de incertidumbre expandida del método de pararosanilina



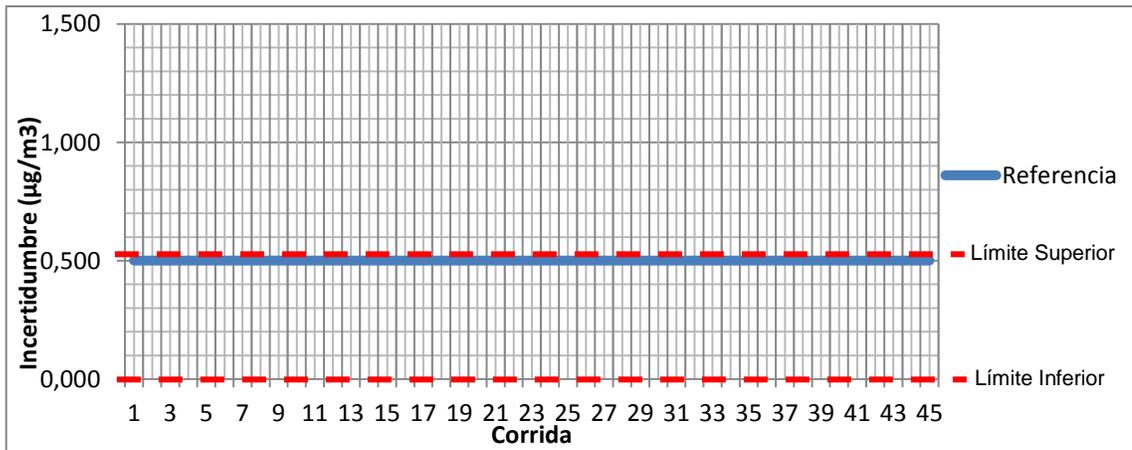
Fuente: elaboración propia.

Tabla XVII. Incertidumbres método gravimétrico, determinación PM₁₀

	Promedio (µg/m ³)	Máximo (µg/m ³)	Mínimo (µg/m ³)	Valor teórico (µg/m ³)
I. Referencia	0,500	0,500	0,500	< 0,5
I. Reproducibilidad	1,000	1,000	1,000	< 1,0
I. Sesgo	0,721	2,226	0,509	< 4,0
I. Combinada	1,244	2,441	1,122	< 2,0
I. Expandida	2,487	4,881	2,244	< 4,0

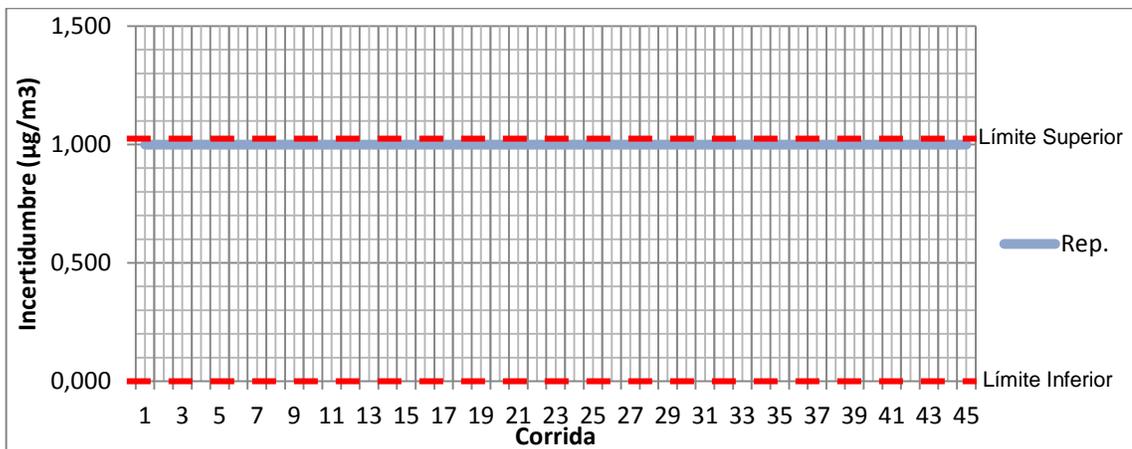
Fuente: elaboración propia.

Figura 12. **Comportamiento de incertidumbre de referencia del método gravimétrico, determinación PM₁₀**



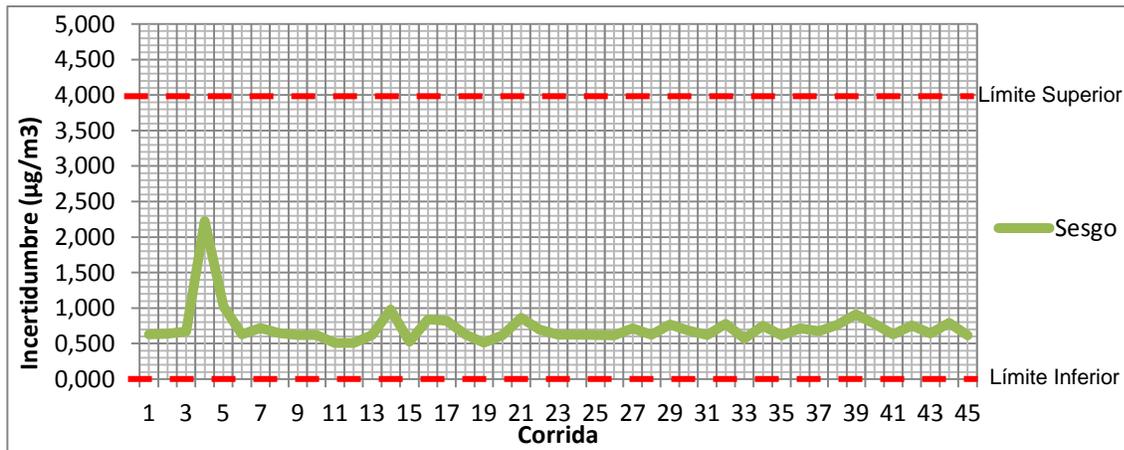
Fuente: elaboración propia.

Figura 13. **Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método gravimétrico, determinación PM₁₀**



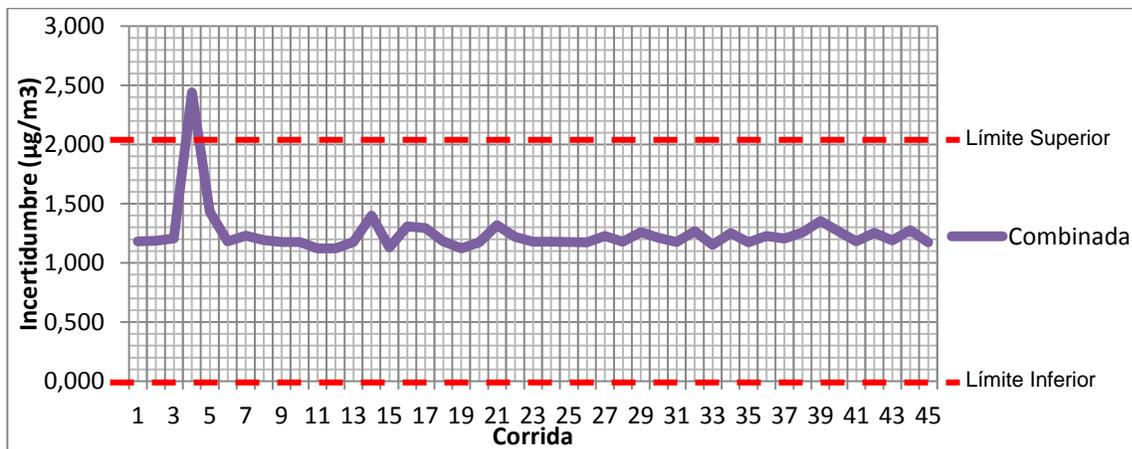
Fuente: elaboración propia.

Figura 14. **Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método gravimétrico, determinación PM₁₀**



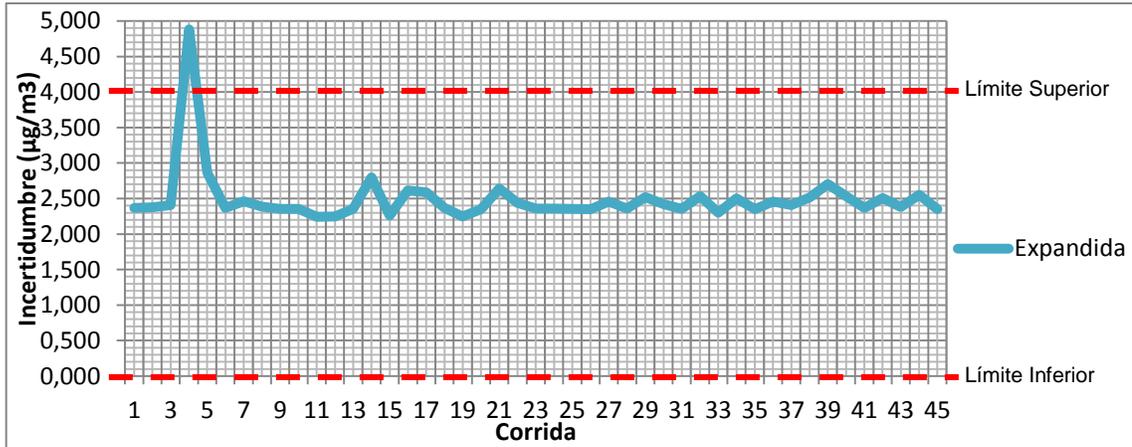
Fuente: elaboración propia.

Figura 15. **Comportamiento de incertidumbre combinada del método gravimétrico, determinación PM₁₀**



Fuente: elaboración propia.

Figura 16. Comportamiento de incertidumbre expandida del método gravimétrico, determinación PM₁₀



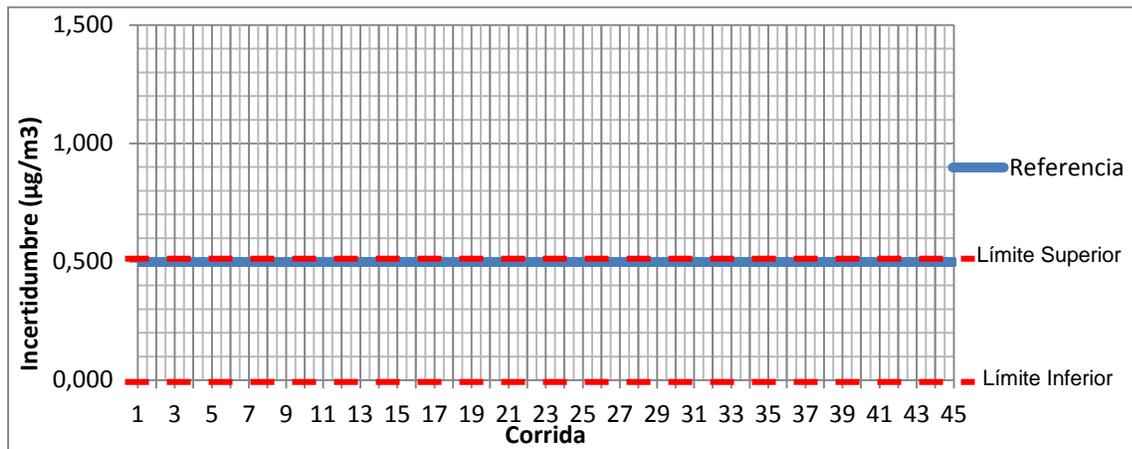
Fuente: elaboración propia.

Tabla XVIII. Incertidumbres método gravimétrico, determinación PM_{2,5}

	Promedio (µg/m ³)	Máximo (µg/m ³)	Mínimo (µg/m ³)	Valor teórico (µg/m ³)
I. Referencia	0,500	0,500	0,500	< 0,5
I. Reproducibilidad	1,000	1,000	1,000	< 1,0
I. Sesgo	0,807	2,919	0,569	< 4,0
I. Combinada	1,308	3,086	1,151	< 2,0
I. Expandida	2,616	6,172	2,301	< 4,0

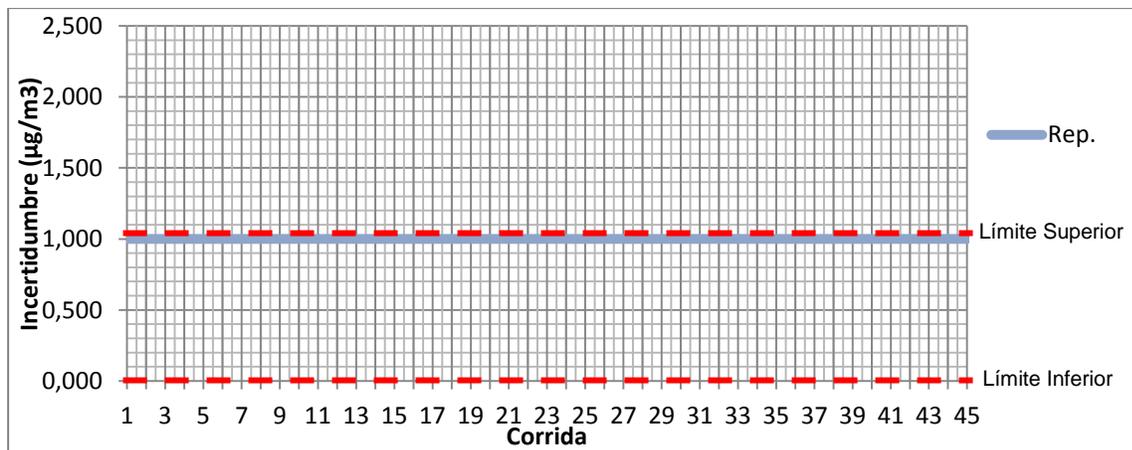
Fuente: elaboración propia.

Figura 17. **Comportamiento de incertidumbre de referencia del método gravimétrico, determinación PM_{2.5}**



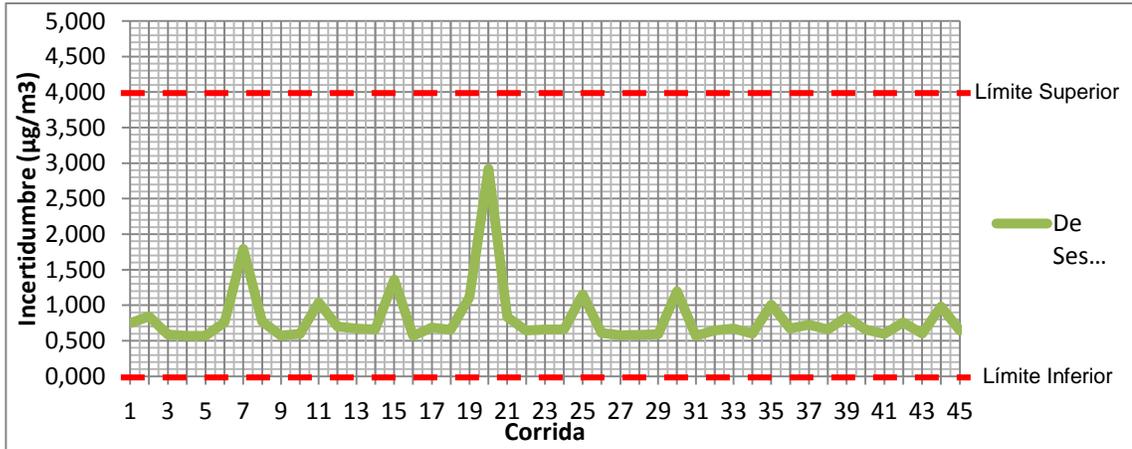
Fuente: elaboración propia.

Figura 18. **Comportamiento de incertidumbre de reproducibilidad del método gravimétrico, determinación PM_{2.5}**



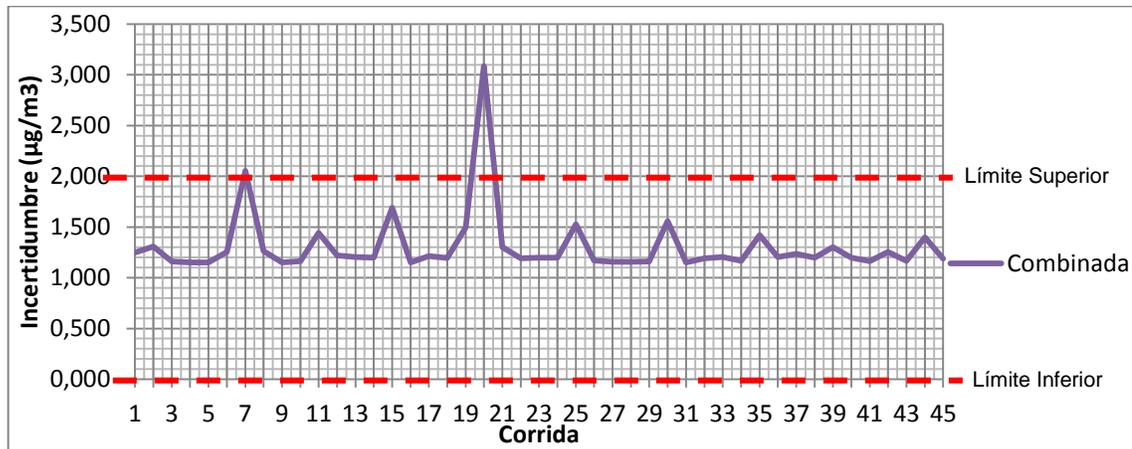
Fuente: elaboración propia.

Figura 19. **Comportamiento de incertidumbre de sesgo del método gravimétrico, determinación PM_{2.5}**



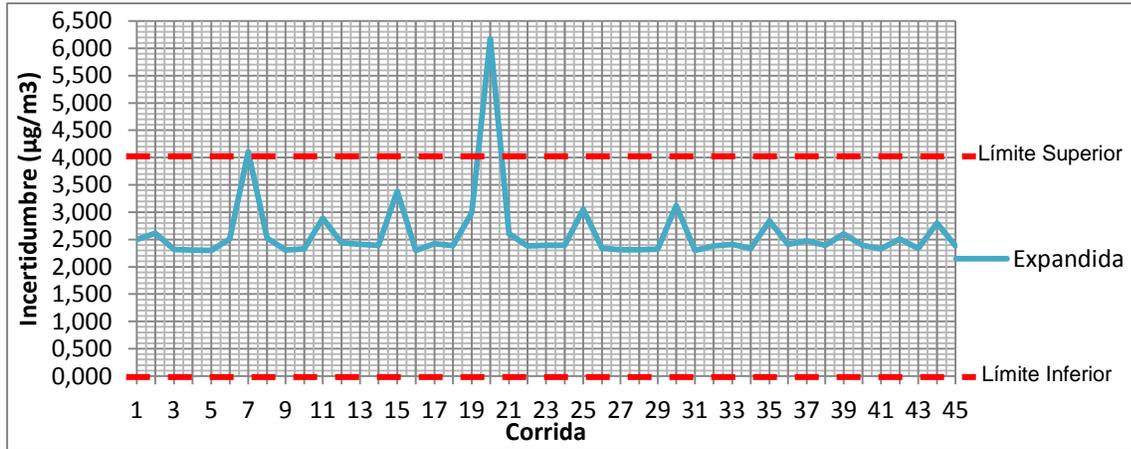
Fuente: elaboración propia.

Figura 20. **Comportamiento de incertidumbre combinada del método gravimétrico, determinación PM_{2.5}**



Fuente: elaboración propia.

Figura 21. **Comportamiento de incertidumbre expandida del método gravimétrico, determinación PM_{2.5}**



Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

5.1. Interpretación de los resultados método de pararosanilina (determinación de SO₂)

En la sección anterior, la figura 7 representa la distribución de la incertidumbre de referencia, determinada para el método de pararosanilina. Al observar la figura, se puede constatar que la incertidumbre fue constante, siendo el valor de 0,5 µg/m³. Este valor no está en el rango establecido teóricamente, ya que no es menor a 0,5 µg/m³. Por lo tanto, se concluye que no cumple con los valores límite establecidos. Con el valor mencionado se establece la trazabilidad del método de pararosanilina.

La figura 8 representa la distribución de la incertidumbre de reproducibilidad. Al observar la gráfica esta permaneció constante, siendo el valor de 1,00 µg/m³. Debido a que no fue menor a 1,0 µg/m³, no se encuentra en el rango especificado y en consecuencia no cumple con los valores límite.

Respecto a la incertidumbre de sesgo (figura 9), se presentaron valores entre el rango de 0,279 a 1,673 µg/m³ para las mediciones realizadas, teniendo un promedio de 0,905 µg/m³. Las incertidumbres de sesgo determinadas están dentro del dato teórico, cumpliendo con los valores establecidos menores a 3,5 µg/m³. Debido a lo anterior se establece que los datos recolectados son verdaderos.

Para la figura 10 las incertidumbres combinadas obtuvieron datos de acuerdo al valor teórico, menores a 2,5 µg/m³.

Las incertidumbres para las mediciones se encuentran entre 1,078 y 1,949 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ con un promedio de 1,374 $\mu\text{g}/\text{m}^3$, cumpliendo con los valores establecidos. Por lo tanto, se establece que los resultados obtenidos, medidos y calculados, son correctos.

Al observar la figura 11 se puede constatar que las incertidumbres expandidas, presentaron un valor entre el rango de 2,155 a 3,898 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Esto para las mediciones realizadas teniendo un promedio de 2,749 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Las incertidumbres de expandidas determinadas están dentro del dato teórico, satisfaciendo los valores límite menores a 5,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Para cada una de las incertidumbres de referencia y reproducibilidad del método de pararosanilina, se presentaron similitudes en estos resultados obtenidos, muestran continuidad en la precisión, pero no fueron exactas debido al valor obtenido de ambas, fueron superiores al rango establecido.

La incertidumbre de sesgo, combinada y expandida presentaron similitud. Esto debido a que los resultados se encuentran dentro del rango especificado. Esta tendencia en los valores permite establecer la aceptación de los resultados obtenidos durante el análisis.

Por último, el método empleado para los análisis de SO_2 tiene precisión por la concordancia. Esto se ve evidenciado en los datos de incertidumbres los cuales fueron apropiados. Lo que permite concluir que las mediciones son satisfactorias.

5.2. Interpretación de los resultados método gravimétrico (determinación de PM10)

La figura 12 representa la distribución de la incertidumbre de referencia para el método gravimétrico en la determinación de material particulado menor a 10 micrómetros de diámetro. En la figura se puede observar, que presentó un valor constante, siendo el valor de $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$. El valor se encuentra fuera del rango establecido. Esto debido a que no es menor a $0,5 \mu\text{g}/\text{m}^3$, en consecuencia no cumple con los valores límite. Con el valor mencionado se establece la trazabilidad del método gravimétrico.

Al observar la gráfica 13 (incertidumbre de reproducibilidad), se puede constatar que la incertidumbre permaneció constante, siendo el valor de $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Este valor no está en el valor establecido teóricamente, ya que no cumple con los valores menores a $1,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$.

Respecto a la figura 14 (incertidumbre de sesgo), se presentó un valor entre el rango de $0,509$ a $2,226 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para las mediciones realizadas, con un promedio de $0,721 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Las incertidumbres de sesgo determinadas coinciden con el dato teórico, debido a que fueron menores a $4,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$, cumplen con los valores límites. Por lo tanto, con lo anterior se establece que los datos recolectados son verdaderos.

Para la incertidumbre combinada (figura 15), no se obtuvieron datos respecto a los valores establecidos, menores a $2,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Las incertidumbres para las mediciones se encuentran de $1,122$ a $2,441 \mu\text{g}/\text{m}^3$ con un promedio de $1,74 \mu\text{g}/\text{m}^3$. El 100 % de los datos, no están de acuerdo al valor teórico. Por lo tanto, se establece, que los resultados obtenidos basados en mediciones y cálculos no son 100 % aceptables.

Al observar la gráfica 16 se puede constatar que las incertidumbres expandidas presentaron un valor entre el rango de 2,244 a 4,881 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Para las mediciones realizadas, teniendo un promedio de 2,487 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Del 100% de las incertidumbres expandidas determinadas, no todas cumplen con el rango establecido, menores a 4,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$.

Cada incertidumbre de referencia, reproducibilidad, combinada y expandida, para el método de determinación de PM_{10} , presentaron similitud, ya que los resultados obtenidos muestran continuidad en la precisión. Esto aunque no fueron exactas debido a que no todos los valores obtenidos concuerdan con el dato teórico establecido. Con esto se muestra que no hay variabilidad en los resultados. Caso contrario fue la incertidumbre de sesgo, la cual en todos los datos se encontraron dentro del rango especificado.

En general, para cada una de las incertidumbres establecidas, del método gravimétrico, para determinar PM_{10} , presentaron similitud. Esto debido a los resultados obtenidos que muestran continuidad en la precisión.

Por último, el método gravimétrico empleado para los análisis de PM_{10} , en las incertidumbres determinadas (referencia, reproducibilidad, combinada y expandida) no estuvieron en los rangos especificados. Se destaca que las concentraciones de PM_{10} , no provienen de las mismas fuentes de emisión. Por ejemplo, cementeras, ingenios, entre otros. Además, en las áreas del occidente del país donde la temperatura es baja, las concentraciones de los contaminantes aumentan. En consecuencia hace que estos datos reflejen un aumento o disminución en las incertidumbres.

5.3. Interpretación de los resultados método gravimétrico (determinación de PM_{2.5})

En la sección anterior, la figura 17 representa la distribución de la incertidumbre de referencia del método gravimétrico. Esto para determinar material particulado menor a 2,5 micrómetros de diámetro. Al observar la gráfica se puede constatar que la incertidumbre de referencia, permaneció constante, siendo el valor de $0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Este valor no se encuentra de acuerdo al valor establecido teóricamente, ya que no es menor a $0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, se concluye que no cumple con los valores límite establecidos. Con el valor mencionado se establece la trazabilidad del método gravimétrico.

En la distribución de la incertidumbre de reproducibilidad, representada en la figura 18, se puede constatar que la incertidumbre de reproducibilidad fue constante, siendo el valor de $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Este valor está fuera del rango teórico establecido, debido a que no es menor a $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y en consecuencia no cumple con los valores límite.

Respecto a la figura 19, las incertidumbres de sesgo, presentaron un valor entre el rango de $0,569$ a $2,919 \mu\text{g}/\text{m}^3$ para las mediciones realizadas, teniendo un promedio de $0,807 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Las incertidumbres de sesgo determinadas se acoplan al dato teórico, menor a $4,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Esta tendencia en los valores permite establecer la aceptación de los resultados obtenidos durante el análisis. Debido a lo anterior, por lo tanto se establece que los datos recolectados son correctos.

Al observar la figura 20, la incertidumbre combinada, no todos los datos obtenidos fueron menores a $2,0 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Las incertidumbres para las mediciones, se encuentran en el rango de $1,151$ a $3,086 \mu\text{g}/\text{m}^3$ con un promedio de $1,308$

$\mu\text{g}/\text{m}^3$. Por tanto, no todos se encuentran de acuerdo al valor teórico. El 100 % de los datos, no están de acuerdo a los valores límite. Se establece, por tanto, que los resultados obtenidos basados en mediciones y cálculos no son 100 % aceptables.

Se puede constatar que la incertidumbre expandida (ver figura 21), presentaron un valor entre el rango de 2,301 a 6,172 $\mu\text{g}/\text{m}^3$ para las mediciones realizadas, teniendo un promedio de 2,616 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. No todas las incertidumbres de expandidas determinadas se acoplan al dato teórico, ya que no fueron menores a 4,0 $\mu\text{g}/\text{m}^3$. Del 100 % de las incertidumbres determinadas, no todas cumplen con el rango establecido.

Cada incertidumbre de referencia, reproducibilidad, combinada y expandida, para el método de determinación de $\text{PM}_{2.5}$, presentaron similitudes ya que los resultados obtenidos muestran continuidad en la precisión. Estos aunque no fueron exactas debido a que no todos los valores obtenidos concuerdan con el dato teórico establecido. Por el contrario, la incertidumbre de sesgo, si se encontró dentro del rango especificado.

Por último, el método gravimétrico empleado para los análisis de $\text{PM}_{2.5}$, las incertidumbres determinadas (referencia, reproducibilidad, combinada y expandida) no estuvieron en los rangos especificados, hay que destacar que las concentraciones de $\text{PM}_{2.5}$, no provienen de las mismas fuentes de emisión, por ejemplo, cementeras, ingenios, entre otros. Además en las áreas del occidente del país donde la temperatura es baja, las concentraciones de los contaminantes aumentan. En consecuencia hace que estos datos reflejen un aumento o disminución en las incertidumbres.

LOGROS OBTENIDOS

- El presente trabajo estableció la evaluación para que las mediciones obtengan la certificación ISO 17025, de los parámetros de la calidad del aire. Con ello se hace que la empresa se enfoque en la mejora continua para poder mantener su competitividad y lograr ser una empresa rectora en las mediciones realizadas.

CONCLUSIONES

1. El método de pararosanilina posee una incertidumbre de referencia igual a $0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y una incertidumbre de reproducibilidad de $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, es aceptada la hipótesis alternativa para el método, ya que es mayor al valor límite.
2. El método de pararosanilina presentó una incertidumbre de sesgo de $0,905 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, la hipótesis nula es aceptada ya que está dentro del límite.
3. La incertidumbre combinada para el método de pararosanilina fue $1,374 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, se afirma la hipótesis nula debido a que no es mayor al valor límite.
4. El método utilizado para la determinación de SO_2 presentó una incertidumbre expandida de $2,749 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, se concluye que la hipótesis nula es aceptada porque no es mayor al valor límite.
5. El método de gravimétrico para determinar PM_{10} posee una incertidumbre de referencia igual a $0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y una incertidumbre de reproducibilidad de $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Debido a que es mayor, al valor límite es aceptada la hipótesis alternativa.

6. El método gravimétrico para la determinación de material particulado menor a diez micrómetros presentó una incertidumbre de sesgo de $0,721 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Se rechaza la hipótesis alternativa porque es menor al valor establecido.
7. La incertidumbre combinada del método gravimétrico para la determinación de material particulado menor a diez micrómetros fue $1,244 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Siendo el resultado menor al valor límite, se acepta la hipótesis nula.
8. El método utilizado para la determinación de PM_{10} presentó una incertidumbre expandida de $2,487 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Ya que el resultado se encuentra en el rango establecido, la hipótesis nula es aceptada.
9. El método de gravimétrico para determinar $\text{PM}_{2.5}$, posee una incertidumbre de referencia igual a $0,50 \mu\text{g}/\text{m}^3$ y una incertidumbre de reproducibilidad de $1,00 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, es aceptada la hipótesis alternativa para el método, ya que es mayor al valor límite.
10. El método gravimétrico para la determinación de material particulado menor a 2,5 micrómetros, presentó una incertidumbre de sesgo de $0,807 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo tanto, se acepta la hipótesis nula porque no es mayor al valor límite
11. La incertidumbre combinada del método gravimétrico para determinar $\text{PM}_{2.5}$ fue $1,308 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Ya que el resultado no es mayor al rango establecido, la hipótesis nula es aceptada.

12. El método utilizado para la determinación de material particulado menor a 2,5 micrómetros, presentó una incertidumbre expandida de $2,616 \mu\text{g}/\text{m}^3$. Por lo anterior, se rechaza la hipótesis alternativa porque no es mayor al valor límite.

RECOMENDACIONES

1. La solución de reactivo absorbente para la determinación de SO_2 no es estable, el color tiende a aumentar con el tiempo. Por lo tanto, las soluciones deben realizarse para cada análisis.
2. Cuando se realice la determinación de SO_2 , se debe hervir el agua destilada y después climatizarla para leer las muestras. Esto con el fin de que agua no suministre oxígeno a las muestras al reaccionar con los demás componentes.
3. Después de retirar la solución absorbente con el contaminante burbujeado se deben pasar las muestras a frascos color ámbar y no frascos de color transparentes.
4. Las muestras deben permanecer en refrigeración hasta el respectivo análisis realizado en el laboratorio.

BIBLIOGRAFÍA

1. Agencia de Protección Ambiental. *Manual de Aseguramiento de Calidad para Sistemas de Medición de Contaminación del Aire*. Volumen I. Estados Unidos: Investigación *Triangle Park*, 1994.
2. Agencia de Protección Ambiental. [en línea]: <http://www.epa.gov/ttn/catc/cica/help/hmonsum_s.html> [Consulta: 8 de diciembre de 2013].
3. *Análisis Instrumental, Calibración y Límite de Detección en Técnicas Instrumentales* [en línea]: <<http://www.qi.fcen.uba.ar/materias/ai/calibracion1.pdf>> [Consulta: 7 abril de 2014].
4. Boletín de División de precipitación occidental de Joy Manufacturing Co. *Métodos de determinación de velocidad, volumen, contenido de polvo y niebla en gases*. Los Ángeles, California: 1968. 170 p.
5. Calidad del Aire [en línea]. <<http://airedecalidad.org/calidad-del-aire>> [Consulta: 16 de noviembre de 2013].
6. DE NEVERS, Noel. *Ingeniería de control de la contaminación del aire*. México: McGraw Hill. 1998, 546 p.
7. DeVORKIN, Howard, et al. *Manual de pruebas de la fuente de contaminación del aire*. Distrito de Control de Contaminación del aire. Los Ángeles, California: 1963.

8. HAMIL, H. F.; D. E. Camann. *Estudio colaborativo del método para la determinación de emisiones de dióxido de azufre desde fuentes estacionarias*. Estados Unidos: 1973. 650 p.
9. MATTY, R.E.; E.K. Diehl. *Medición de gases de combustión SO₂ y SO₃*. Estados Unidos: Power, 1957, 740 p.
10. MILLER, JC. *Estadística de química analítica*. Estados Unidos: Pearson. 2002. 286 p.
11. Organización Mundial de la Salud. *Guías de calidad del aire, actualización mundial 2005, Informe de la Reunión del Grupo de Trabajo*. Washington, D.C.: OPS; 2007.
12. SKOOG, D. et. at. *Química Analítica*. 6a ed. México: McGraw-Hill, 1999, 612 p.
13. PARKER, Albert. *Contaminación del aire por la Industria*. España: Reverté, 2001, 709 p.
14. PATTON, W. F. y J. A. Brink. *Nuevos equipos y técnicas para la toma de muestras de procesos químicos*. Estados Unidos: Asociación de Control de Contaminación del Aire, 1963, 162 p.
15. URONS, P., et. at. *Técnicas trazables sobre contaminación del aire, aparatos y estudios de Dióxido de Azufre, métodos colorimétricos y conductométricos*. Estados Unidos: Investigación Triangle Park, 1965, 1104 p.

16. VOLLARO, R. F., *Instrumentación para la medición de velocidades de flujo de gas*. Estados Unidos: Agencia de Protección Ambiental, Rama de Medición, 1976, 36 p.
17. WALPOLE, Ronald E. et. al. *Probabilidad y Estadística*. 4a ed. México: McGraw-Hill, 2004, 816 p.

APÉNDICES

Apéndice 1 **Muestra de cálculo del método de determinación de SO₂**

A continuación se describen las ecuaciones utilizadas para determinar los resultados expuestos en el presente estudio.

- Determinación de concentración de dióxido de azufre

Para la determinación de la concentración SO₂ utilizada en el análisis se utilizó la siguiente ecuación:

$$[SO_2] = \frac{(A - B) * N * 32\ 000}{V}$$

Donde:

[SO₂] = concentración de dióxido de azufre utilizada en análisis

[microgramos por mililitro]

A = volumen gastado de tiosulfato de sodio en titulación de blanco

[microgramos por mililitro]

B = volumen gastado de tiosulfato de sodio en la titulación de sulfito

[microgramos por mililitro]

N = concentración de tiosulfato de sodio [Normal]

V = volumen utilizado de analito [mililitro]

Por ejemplo para la primera corrida se obtuvo:

$$[SO_2] = \frac{(49 - 24,5) * 0,01 * 32\ 000}{25} = 313,6 \mu g SO_2/ml$$

De la misma forma se realizó la determinación de la concentración de cada corrida efectuada.

- Determinación de concentración de SO_2 en solución de sulfito-TCM

Para la determinación de la concentración de SO_2 en la solución de sulfito-TCM se utilizó la siguiente ecuación:

$$[Sulfito - TCM] = [SO_2] * (f)$$

Donde

[Sulfito – TCM] = concentración de SO_2 en la solución de sulfito – TCM

[microgramos dióxido de azufre por mililitro]

[SO_2] = concentración de dióxido de azufre utilizada en análisis

[microgramos por mililitro]

f = factor de dilución del sulfito aforado con TCM [f = 1/50]

Por ejemplo para la primera corrida se obtuvo:

$$[Sulfito - TCM] = [313,6] * \left(\frac{1}{50}\right) = 6,272 \mu g SO_2/ml$$

De la misma forma se realizó la determinación de la concentración de cada corrida efectuada.

- Determinación de concentración de SO_2 en solución de sulfito-TCM_{dil}

Para la determinación de la concentración de SO_2 en la solución de sulfito-TCM diluida se utilizó la siguiente ecuación:

$$[\text{Sulfito} - \text{TCM}_{dil}] = [\text{Sulfito} - \text{TCM}] * (f)$$

Donde

[Sulfito – TCM_{dil}] = concentración de SO₂ en la solución de sulfito – TCM diluida [microgramos dióxido de azufre por mililitro]

[Sulfito – TCM] = concentración de SO₂ en la solución de sulfito – TCM [microgramos dióxido de azufre por mililitro]

f = factor de dilución del sulfito-TCM aforado con TCM [f = 1/10]

Por ejemplo para la primera corrida se obtuvo:

$$[\text{Sulfito} - \text{TCM}_{dil}] = [313,6] * \left(\frac{1}{10}\right) = 0,6272 \mu\text{g SO}_2/\text{ml}$$

De la misma forma se realizó la determinación de la concentración de cada corrida efectuada.

- Determinación de concentración de SO₂ para la curva de calibración de sulfito – TCM y sulfito – TCM diluida
 - Para sulfito – TCM

Para la determinar la concentración de SO₂ en la curva de calibración en solución de sulfito-TCM se utilizó la siguiente ecuación:

$$[\text{SO}_2] = [\text{sulfito} - \text{TCM}] * (V_c)$$

Donde

[SO₂] = concentración de SO₂ para la curva de calibración [microgramos dióxido de azufre]

[Sulfito – TCM] = concentración de SO₂ en la solución de sulfito – TCM
[microgramos dióxido de azufre por mililitro]

V_c = volumen utilizado de sulfito – TCM en la curva de calibración [V_c = 4, 3, 2]

Por ejemplo para el primer punto de la primera curva se tiene:

$$[SO_2] = [6,272] * (4) = 25,088 \mu g SO_2$$

De la misma forma se realizó la determinación de los puntos de la curva para cada corrida efectuada.

- Para sulfito – TCM diluida

Para la determinar la concentración de SO₂ en la curva de calibración en solución de sulfito-TCM diluida se utilizó la siguiente ecuación:

$$[SO_2] = [sulfito - TCM_{dil}] * (V_c)$$

Donde

[SO₂] = concentración de SO₂ para la curva de calibración [μg SO₂]

[Sulfito – TCM_{dil}] = concentración de SO₂ en la solución de sulfito – TCM diluida

[microgramos dióxido de azufre por mililitro]

V_c = volumen utilizado de sulfito – TCM diluida en la curva de calibración

[V_c = 10, 7, 0]

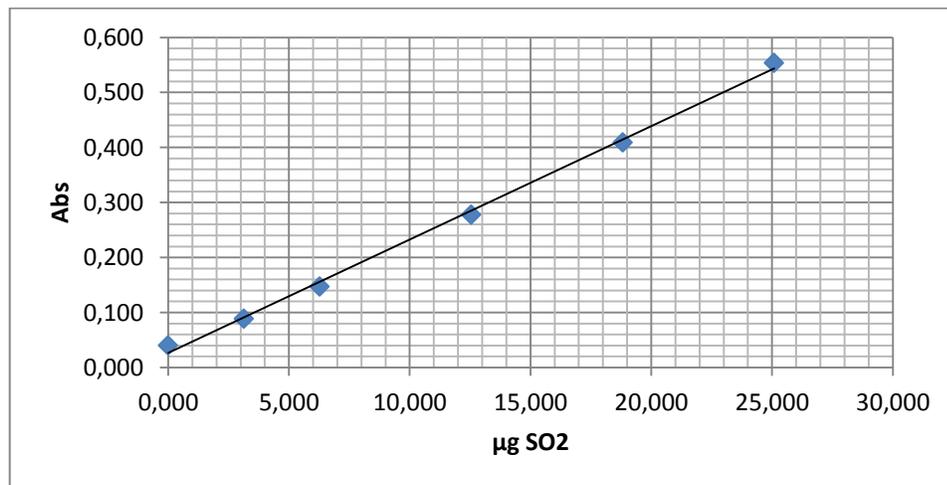
Por ejemplo para la determinación de otro punto de la primera curva se tiene:

$$[SO_2] = [0,6272] * (10) = 6,272 \mu g SO_2$$

De la misma forma se realizó la determinación de los puntos de la curva para cada corrida efectuada.

- Determinación de la curva de calibración de para el método de pararosanilina.

Se procedió a realizar la curva de calibración, utilizando las concentraciones de SO_2 (eje X) y las absorbancias leídas para cada concentración (eje Y), por lo tanto para la primera corrida se obtiene:



Luego se procedió a determinar el modelo matemático de la curva de calibración, con una regresión lineal utilizando Microsoft Excel.

Para el caso de la primera curva, el modelo matemático está representado como:

$$Y = 0,0206 X + 0,0265$$

Resolviendo para x, y sustituyendo Y = abs (absorbancia) y X= [SO₂] (concentración de SO₂) y se tiene:

$$[SO_2] = \frac{abs - 0,0265}{0,0206}$$

El modelo matemático anterior se utilizó para la determinación de los miligramos de SO₂ de las muestras recolectadas para la primera corrida.

Por ejemplo para determinar los miligramos de SO₂ de la muestra recolectada se tiene:

$$\mu g SO_2 = \frac{0,058 - 0,0265}{0,0206} = 1,529 \mu g SO_2$$

De la misma forma se realizó la curva de calibración para cada corrida efectuada.

- Determinación de concentración de SO₂ en las muestras recolectadas

Para la determinar la concentración de SO₂ en las muestras de aire se utilizó la siguiente ecuación:

$$[SO_2] = \frac{\mu g SO_2}{V_{aire}}$$

Donde

$[SO_2]$ = concentración de SO_2 de las muestras de aire [microgramos dióxido de azufre por mililitro]

$\mu g SO_2$ = cantidad de dióxido de azufre utilizado en análisis [microgramos dióxido de azufre]

V_{aire} = volumen de aire muestreado [metros cúbicos]

Por ejemplo la concentración de dióxido de azufre para la primera muestra es:

$$[SO_2] = \frac{1,529 \mu g SO_2}{0,288 m^3} = 5,309 \mu g SO_2/ml$$

De la misma forma se realizó el cálculo para cada corrida efectuada.

- Cálculo de la media aritmética de los datos

De la siguiente manera se determinó la media aritmética de los valores de la concentración de SO_2 en muestras de aire:

$$\bar{X} = \frac{(\sum_{i=0}^n X)}{N}$$

Donde:

\bar{X} = media aritmética de la concentración de SO_2 [microgramos metros cúbicos]

X = concentración de SO_2 [microgramos metros cúbicos]

N = número de muestras recolectadas de aire [adimensional]

Para este caso:

$$\bar{X} = \frac{26,21 \mu g / m^3}{5} = 5,242 \mu g / m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la media aritmética para cada subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Desviación relativa al sesgo

De la siguiente manera se determinó la desviación relativa al sesgo:

$$DER_{MRC} = \frac{DER}{C_{REF}}$$

Donde

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [adimensional]

DER = desviación estándar [microgramos metros cúbicos]

C_{REF} = valor certificado [microgramos metros cúbicos]

Por ejemplo para determinar la desviación relativa al sesgo se tiene:

$$DER_{MRC} = \frac{0,423}{2,5} = 0,169$$

De la misma forma se realizó la determinación para cada subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Varianza relativa al sesgo

De la siguiente manera se determinó la desviación relativa al sesgo:

$$DER_b^2 = \frac{DER_{MRC}^2}{n}$$

Donde

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [adimensional]

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [adimensional]

n = número de valores [adimensional]

Por ejemplo para determinar la varianza relativa al sesgo se tiene:

$$DER_b^2 = \frac{0,169^2}{5} = 0,0057$$

De la misma forma se realizó la determinación para cada subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Cálculo de la incertidumbre relativa al material de referencia

Para el cálculo se utilizó la siguiente ecuación:

$$U_{Cref} = \frac{U_{ref}}{k}$$

Donde

U_{Cref} = incertidumbre relativa de referencia [microgramos metros cúbicos]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramos metros cúbicos]

k = factor de cobertura [k = 2]

Por ejemplo para determinar la incertidumbre de referencia se tiene:

$$U_{Cref} = \frac{1,00 \mu g/m^3}{2} = 0,50 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre de referencia para el subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Determinación de la incertidumbre de sesgo

De la siguiente manera se determinó la incertidumbre de sesgo:

$$U_b = \sqrt{b^2 + DER_b^2 + U_{ref}^2}$$

Donde

U_b = incertidumbre de sesgo [microgramos metros cúbicos]

b = sesgo relativo [microgramos metros cúbicos]

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [microgramos metros cúbicos]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramos metros cúbicos]

Por ejemplo para determinar la incertidumbre de sesgo se tiene:

$$U_b = \sqrt{1,097^2 + 0,006 + 0,500^2} = 1,208 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre de sesgo para el subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Cálculo de incertidumbre combinada

Para determinar la incertidumbre combinada se utilizó la siguiente ecuación:

$$U_c = \sqrt{(U_b)^2 + (U_{RW})^2}$$

Donde

U_c = incertidumbre combinada [microgramos metros cúbicos]

U_b = incertidumbre de sesgo [microgramos metros cúbicos]

U_{RW} = incertidumbre de reproducibilidad [microgramos metros cúbicos]

Para determinar la incertidumbre combinada se tiene:

$$U_c = \sqrt{(1,208)^2 + (1,00)^2} = 1,568 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre combinada para el subgrupo de cinco muestras recolectadas.

- Determinación de la incertidumbre expandida

Para determinar la incertidumbre expandida se utilizó la siguiente ecuación:

$$U = k * U_c$$

Donde:

U = incertidumbre expandida [microgramos metros cúbicos]

k = factor de cobertura [$k = 2$]

U_c = incertidumbre estándar combinada [microgramos metros cúbicos]

Para determinar la incertidumbre expandida se tiene:

$$U = 2 * 1,568 = 3,136 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre expandida para el subgrupo de cinco muestras recolectadas.

Apéndice 2 **Muestra de cálculo del método gravimétrico para determinar PM₁₀ y PM_{2.5}**

A continuación se describen las ecuaciones utilizadas para determinar los resultados expuestos para PM₁₀ y PM_{2.5}.

- Determinación de la masa del filtro antes de monitoreo

Para determinar la masa del filtro antes del muestreo se utilizó la siguiente ecuación:

$$W_{fo} = \frac{W_{o1} + W_{o2}}{2}$$

Donde

W_{fo} = masa del filtro antes de muestreo [gramos]

W_{o1} = primera masa determinada del filtro antes del muestreo [gramos]

W_{o2} = segunda masa determinada del filtro antes del muestreo [gramos]

Para determinar la masa del filtro antes del monitoreo, en este caso de PM₁₀, se tiene:

$$W_{fo} = \frac{0,09817 + 0,09819}{2} = 0,09818 \text{ g}$$

De la misma forma se realizó la determinación de la masa del filtro antes del monitoreo de PM₁₀ y PM_{2.5} para todos los filtros.

- Determinación de la masa del filtro después de monitoreo

Para determinar la masa del filtro después de realizado el muestreo se utilizó la siguiente ecuación:

$$W_{ff} = \frac{W_{f1} + W_{f2}}{2}$$

Donde

W_{ff} = masa del filtro después del muestreo [gramos]

W_{f1} = primera masa determinada del filtro después del muestreo [gramos]

W_{f2} = segunda masa determinada del filtro después del muestreo [gramos]

Para determinar la masa del filtro después del monitoreo, en este caso de PM_{10} , se tiene:

$$W_{ff} = \frac{0,09917 + 0,09916}{2} = 0,09917 \text{ g}$$

De la misma forma se realizó la determinación de la masa del filtro después del monitoreo de PM_{10} y $PM_{2.5}$ para todos los filtros.

- Determinación de la masa de material particulado

Para determinar la masa de material particulado se utilizó la siguiente ecuación:

$$W_f = W_{ff} - W_{fo}$$

Donde

W_f = masa de material particulado [gramos]

W_{ff} = masa del filtro después del muestreo [gramos]

W_{fo} = masa del filtro antes del muestreo [gramos]

Para determinar la masa de material particulado, en este caso de PM_{10} , se tiene:

$$W_f = 0,0991 - 0,09818 = 0,00099 \text{ g}$$

De la misma forma se realizó la determinación de material particulado, para PM_{10} y $PM_{2.5}$.

- Determinación de concentración de material particulado

Para la determinación de la concentración de material particulado se utilizó la siguiente ecuación:

$$[PM] = \frac{W_f}{V_{aire}}$$

Donde

[PM] = concentración de material particulado [microgramos por mililitro]

W_f = masa del filtro [gramo]

V = volumen de aire [metro cúbico]

Para determinar la concentración de material particulado, en este caso de PM_{10} , se tiene:

$$[PM] = \frac{0,99}{24,048} = 0,041 \mu g PM/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la concentración de material particulado para PM₁₀ y PM_{2.5}.

- Cálculo de la media aritmética de los datos

De la siguiente manera se determinó la media aritmética de los valores de la concentración de material particulado en muestras de aire:

$$\bar{X} = \frac{(\sum_{i=0}^n X)}{N}$$

Donde:

\bar{X} = media aritmética de la concentración de material particulado [microgramos metros cúbicos]

X = concentración de material particulado [microgramos metros cúbicos]

N = número de muestras recolectadas de aire [adimensional]

Para este caso:

$$\bar{X} = \frac{1,334 \mu g /m^3}{45} = 0,02965 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la media aritmética para las muestras recolectadas, tanto de PM₁₀ como PM_{2.5}.

- Desviación relativa al sesgo

De la siguiente manera se determinó la desviación relativa al sesgo:

$$DER_{MRC} = \frac{DER}{C_{REF}}$$

Donde

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [adimensional]

DER = desviación estándar [microgramos metros cúbicos]

C_{REF} = valor certificado [microgramos metros cúbicos]

Por ejemplo para determinar la desviación relativa al sesgo, para el caso de PM_{10} , se tiene:

$$DER_{MRC} = \frac{0,0168}{0,041} = 0,409$$

De la misma forma se realizó la determinación para PM_{10} y $PM_{2.5}$ de todas las muestras recolectadas.

- Varianza relativa al sesgo

De la siguiente manera se determinó la desviación relativa al sesgo:

$$DER_b^2 = \frac{DER_{MRC}^2}{n}$$

Donde:

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [adimensional]

DER_{MRC} = desviación estándar relativa al sesgo [adimensional]

n = número de valores [adimensional]

Por ejemplo para determinar la varianza relativa al sesgo, para PM_{10} se tiene:

$$DER_b^2 = \frac{0,409^2}{45} = 0,04$$

De la misma forma se realizó la determinación para PM₁₀ y PM_{2.5} de todas las muestras recolectadas.

- Cálculo de la incertidumbre relativa al material de referencia

Para el cálculo se utilizó la siguiente ecuación:

$$U_{Cref} = \frac{U_{ref}}{k}$$

Donde

U_{Cref} = incertidumbre relativa de referencia [microgramos metros cúbicos]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramos metros cúbicos]

k = factor de cobertura [k = 2]

Por ejemplo para determinar la incertidumbre de referencia se tiene:

$$U_{Cref} = \frac{1,00 \mu g/m^3}{2} = 0,50 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre de referencia para todas las muestras recolectadas de PM₁₀ y PM_{2.5}.

- Determinación de la incertidumbre de sesgo

De la siguiente manera se determinó la incertidumbre de sesgo:

$$U_b = \sqrt{b^2 + DER_b^2 + U_{ref}^2}$$

Donde

U_b = incertidumbre de sesgo [microgramos metros cúbicos]

b = sesgo relativo [microgramos metros cúbicos]

DER_b^2 = varianza relativa al sesgo [microgramos metros cúbicos]

U_{ref} = incertidumbre de referencia [microgramos metros cúbicos]

Por ejemplo para determinar la incertidumbre de sesgo para PM_{10} se tiene:

$$U_b = \sqrt{0,381^2 + 0,005 + 0,500^2} = 0,632 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre de sesgo para PM_{10} y $PM_{2.5}$ de todas las muestras recolectadas.

- Cálculo de incertidumbre combinada

Para determinar la incertidumbre combinada se utilizó la siguiente ecuación:

$$U_c = \sqrt{(U_b)^2 + (U_{RW})^2}$$

Donde

U_c = incertidumbre combinada [microgramos metros cúbicos]

U_b = incertidumbre de sesgo [microgramos metros cúbicos]

U_{RW} = incertidumbre de reproducibilidad [microgramos metros cúbicos]

Para determinar la incertidumbre combinada para el caso de PM_{10} , se obtuvo:

$$U_c = \sqrt{(0,632)^2 + (1,00)^2} = 1,183 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre combinada de todas las muestras recolectadas, tanto de PM₁₀ como PM_{2.5}.

- Determinación de la incertidumbre expandida

Para determinar la incertidumbre expandida se utilizó la siguiente ecuación:

$$U = k * U_c$$

Donde

U = incertidumbre expandida [microgramos metros cúbicos]

k = factor de cobertura [k = 2]

U_c = incertidumbre estándar combinada [microgramos metros cúbicos]

Por ejemplo, para determinar la incertidumbre expandida de PM₁₀ se tiene:

$$U = 2 * 1,183 = 2,366 \mu g/m^3$$

De la misma forma se realizó la determinación de la incertidumbre expandida para todas las muestras recolectadas de PM₁₀ y PM_{2.5}.

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. Hoja de datos para el método de determinación de SO₂

Corrida	Volumen gastado titulación blanco (mL)	Volumen gastado titulación (mL)	Cantidad dióxido de azufre (µg)	Absorbancia curva de calibración (nm)	Absorbancia muestra (nm)
1	49,0	24,5	25,088	0,554	0,058
			18,816	0,409	0,060
			12,544	0,278	0,060
			6,272	0,147	0,055
			3,136	0,089	0,055
			0,000	0,040	
2	48,8	24,6	24,781	0,558	0,059
			18,587	0,407	0,058
			12,390	0,277	0,061
			6,195	0,149	0,054
			3,098	0,083	0,055
			0,000	0,030	
3	49,2	24,6	25,190	0,551	0,060
			18,893	0,405	0,059
			12,595	0,278	0,062
			6,298	0,143	0,056
			3,149	0,085	0,057
			0,000	0,034	
4	49,0	24,8	24,781	0,557	0,060
			18,586	0,411	0,059
			12,390	0,282	0,062
			6,195	0,147	0,056
			3,098	0,093	0,057
			0,000	0,041	
5	49,7	25,2	25,088	0,563	0,060
			18,816	0,413	0,059
			12,544	0,288	0,062
			6,272	0,148	0,056
			3,136	0,110	0,057
			0,000	0,045	
6	49,0	25	24,576	0,572	0,058
			18,432	0,375	0,058
			12,288	0,230	0,061
			6,144	0,132	0,060
			3,072	0,086	0,057
			0,000	0,058	
7	48,8	23,5	25,907	0,550	0,059
			19,430	0,352	0,058
			12,954	0,242	0,056
			6,477	0,165	0,062
			3,238	0,103	0,061
			0,000	0,067	
8	49,0	23,6	26,010	0,556	0,058
			19,507	0,375	0,058
			13,005	0,241	0,061
			6,502	0,138	0,060
			3,251	0,091	0,063
			0,000	0,058	

Continuación del apéndice 3.

9	49,0	25,2	24,371	0,521	0,058
			18,278	0,362	0,058
			12,186	0,232	0,061
			6,093	0,138	0,060
			3,046	0,085	0,059
			0,000	0,052	
10	49,3	25,5	24,371	0,522	0,060
			18,278	0,361	0,057
			12,186	0,235	0,054
			6,093	0,139	0,063
			3,046	0,089	0,062
			0,000	0,057	
11	48,6	24,3	24,883	0,565	0,042
			18,662	0,488	0,041
			12,442	0,326	0,040
			6,221	0,190	0,046
			4,355	0,110	0,042
			0,000	0,040	
12	49,2	24,3	25,498	0,563	0,042
			19,123	0,489	0,043
			12,749	0,325	0,044
			6,374	0,192	0,046
			4,462	0,112	0,042
			0,000	0,041	
13	49,2	24,3	25,498	0,568	0,042
			19,123	0,491	0,043
			12,749	0,329	0,042
			6,374	0,195	0,046
			4,462	0,110	0,042
			0,000	0,041	
14	49,5	24,4	25,702	0,566	0,043
			19,277	0,487	0,045
			12,851	0,329	0,044
			6,426	0,193	0,046
			4,498	0,112	0,044
			0,000	0,041	
15	49,0	24,7	24,883	0,562	0,042
			18,662	0,488	0,043
			12,442	0,324	0,042
			6,221	0,193	0,046
			4,355	0,113	0,045
			0,000	0,038	
16	49,2	24,6	25,190	0,555	0,054
			18,890	0,422	0,051
			12,595	0,283	0,051
			6,298	0,149	0,051
			3,149	0,086	0,051
			0,000	0,051	

Continuación del apéndice 3.

17	49,4	24,2	25,805	0,552	0,054
			19,354	0,426	0,051
			12,902	0,284	0,052
			6,451	0,147	0,053
			3,226	0,088	0,051
			0,000	0,050	
18	49,0	24,1	25,498	0,556	0,054
			19,123	0,421	0,052
			12,749	0,286	0,053
			6,374	0,147	0,051
			3,187	0,089	0,050
			0,000	0,052	
19	48,8	23,9	25,498	0,555	0,053
			19,123	0,422	0,052
			12,749	0,282	0,051
			6,374	0,147	0,054
			3,187	0,086	0,053
			0,000	0,052	
20	49,1	24,1	25,600	0,554	0,053
			19,200	0,422	0,052
			12,800	0,283	0,050
			6,400	0,146	0,051
			3,200	0,083	0,051
			0,000	0,048	
21	49,0	24,2	25,395	0,573	0,051
			19,046	0,497	0,052
			12,698	0,335	0,040
			3,349	0,210	0,041
			4,444	0,100	0,041
			0,000	0,035	0,042
22	48,8	24,5	24,883	0,592	0,052
			18,662	0,511	0,052
			12,442	0,343	0,043
			6,221	0,221	0,042
			4,355	0,109	0,044
			0,000	0,032	
23	49,3	24,1	25,805	0,594	0,050
			19,354	0,512	0,054
			12,902	0,345	0,042
			6,451	0,220	0,040
			4,516	0,107	0,041
			0,000	0,030	
24	49,0	24,2	25,395	0,571	0,052
			19,046	0,495	0,052
			12,698	0,335	0,042
			6,349	0,211	0,043
			4,444	0,100	0,042
			0,000	0,033	
25	49,2	24,0	25,805	0,592	0,050
			19,354	0,508	0,052
			12,902	0,341	

Continuación del apéndice 3.

			6,451	0,194	0,041
			4,516	0,107	0,040
			0,000	0,035	0,040
26	48,7	24,4	24,883	0,545	0,051
			18,662	0,414	0,052
			12,442	0,304	0,053
			6,221	0,151	0,049
			4,355	0,095	0,050
			0,000	0,055	
27	49,2	24,6	25,190	0,555	0,050
			18,893	0,404	0,050
			12,595	0,305	0,051
			6,298	0,157	0,052
			4,408	0,094	0,051
			0,000	0,051	
28	49,4	24,7	25,293	0,549	0,051
			18,970	0,414	0,052
			12,646	0,315	0,053
			6,323	0,158	0,049
			4,426	0,092	0,050
			0,000	0,050	
29	49,6	24,8	25,395	0,532	0,049
			19,046	0,422	0,050
			12,698	0,318	0,051
			6,349	0,154	0,050
			4,444	0,087	0,050
			0,000	0,051	
30	49,2	24,6	25,190	0,541	0,053
			18,893	0,414	0,049
			12,595	0,311	0,050
			6,298	0,164	0,051
			4,408	0,096	0,050
			0,000	0,048	
31	49,4	24,6	25,395	0,565	0,046
			19,046	0,488	0,042
			12,698	0,326	0,051
			6,349	0,190	0,052
			4,444	0,110	0,040
			0,000	0,040	
32	48,8	24,6	24,781	0,567	0,047
			18,586	0,502	0,045
			12,390	0,335	0,052
			6,195	0,182	0,052
			4,337	0,102	0,041
			0,000	0,052	
33	49,8	24,7	25,702	0,554	0,045
			19,277	0,497	0,045
			12,851	0,332	0,051
			6,426	0,180	0,050
			4,498	0,110	0,044
			0,000	0,048	

Continuación del apéndice 3.

34	49,4	24,8	25,190	0,550	0,051
			18,893	0,501	0,052
			12,595	0,333	0,042
			6,298	0,181	0,043
			4,408	0,100	0,043
			0,000	0,050	
35	49,4	25,1	24,883	0,561	0,045
			18,662	0,481	0,052
			12,442	0,331	0,053
			6,221	0,192	0,047
			4,355	0,108	0,049
			0,000	0,047	
36	49,6	24,8	25,395	0,578	0,048
			19,046	0,495	0,051
			12,698	0,335	0,052
			6,349	0,201	0,049
			4,444	0,115	0,053
			0,000	0,045	
37	49,2	25,2	24,576	0,566	0,051
			18,432	0,489	0,053
			12,288	0,337	0,051
			6,144	0,204	0,052
			4,301	0,101	0,054
			0,000	0,050	
38	49,8	24,6	25,805	0,579	0,052
			19,354	0,497	0,053
			12,902	0,345	0,053
			6,451	0,215	0,052
			4,516	0,111	0,051
			0,000	0,048	
39	50,0	24,2	26,419	0,556	0,050
			19,814	0,484	0,051
			13,210	0,344	0,050
			6,605	0,204	0,053
			4,623	0,101	0,050
			0,000	0,051	
40	49,8	25,2	25,190	0,565	0,054
			18,890	0,487	0,053
			12,595	0,342	0,055
			6,298	0,212	0,053
			4,408	0,114	0,055
			0,000	0,046	
41	50,0	25,2	25,395	0,565	0,045
			19,046	0,488	0,044
			12,698	0,326	0,046
			6,349	0,190	0,048
			4,444	0,110	0,043
			0,000	0,040	

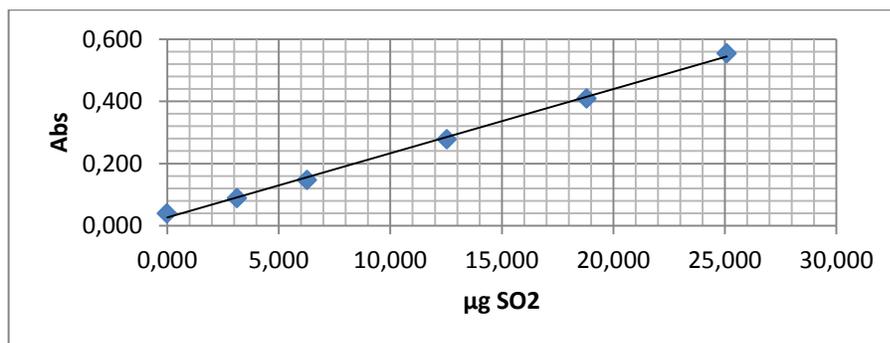
Continuación del apéndice 3.

42	49,9	24,3	26,214	0,575	0,045
			19,661	0,489	0,046
			13,107	0,326	0,046
			6,554	0,198	0,047
			4,588	0,123	0,045
			0,000	0,040	
43	49,0	25,2	24,371	0,554	0,046
			18,278	0,482	0,048
			12,186	0,312	0,046
			6,093	0,188	0,047
			4,265	0,122	0,047
			0,000	0,045	
44	50,0	24,8	25,805	0,557	0,047
			19,354	0,474	0,048
			12,902	0,344	0,045
			6,451	0,195	0,049
			4,516	0,102	0,048
			0,000	0,043	
45	49,9	25,2	25,293	0,561	0,046
			18,970	0,480	0,045
			12,646	0,331	0,048
			6,323	0,194	0,049
			4,426	0,102	0,045
			0,000	0,049	

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. **Curvas de calibración del método de determinación de SO₂**

Curva de Calibración, corrida 1



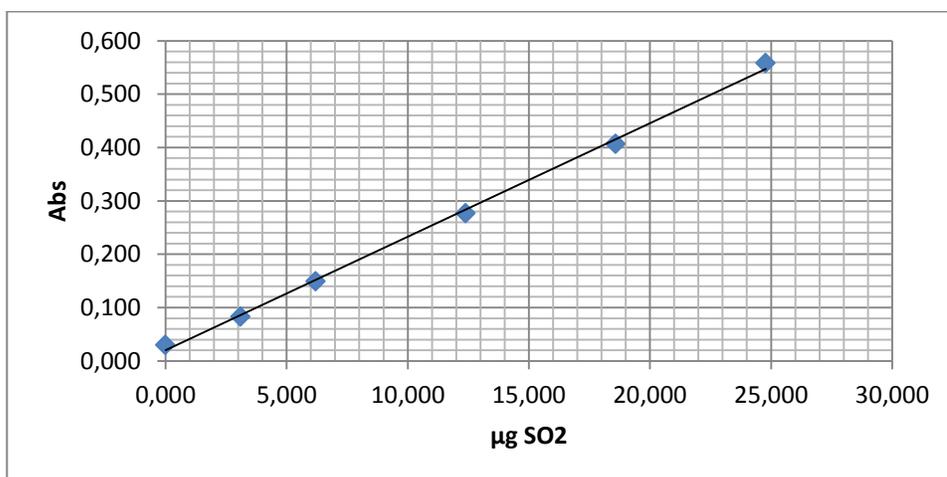
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 1

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0206x + 0,0265$	0,997	[0,00 – 25,088]	[0,040 – 0,554]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 2



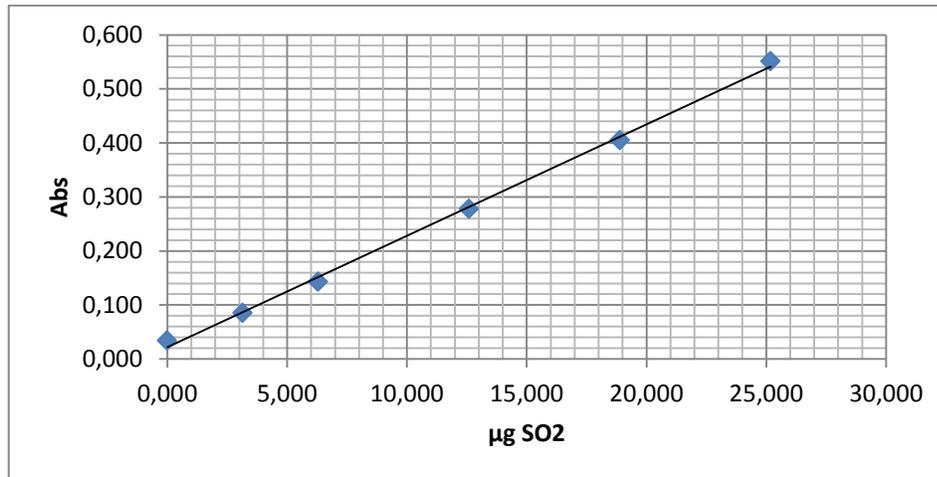
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 2

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0213x + 0,02$	0,998	[0,00 – 24,781]	[0,030 – 0,558]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 3



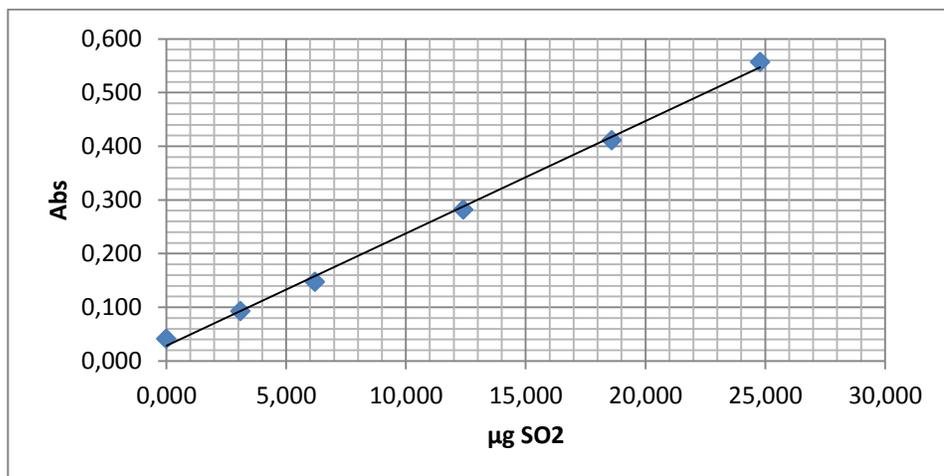
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 3

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0206x + 0,022$	0,998	[0,00 – 25,190]	[0,034 – 0,551]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 4



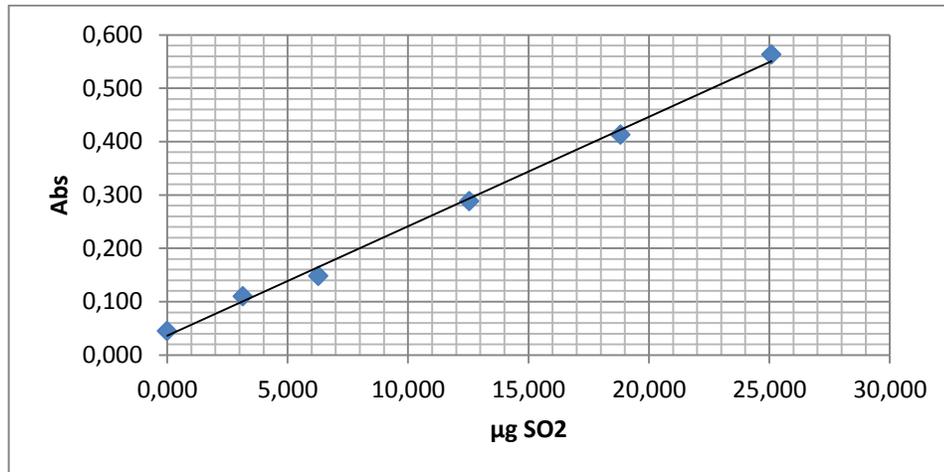
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 4

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0209x + 0,0283$	0,997	[0,00 – 24,781]	[0,041 – 0,557]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 5



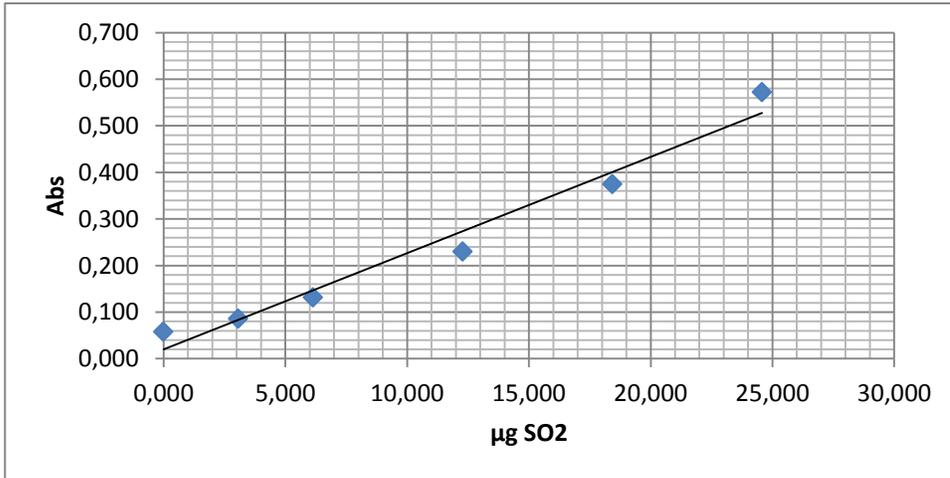
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 5

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0205x + 0,0361$	0,996	[0,00 – 25,088]	[0,045 – 0,563]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 6



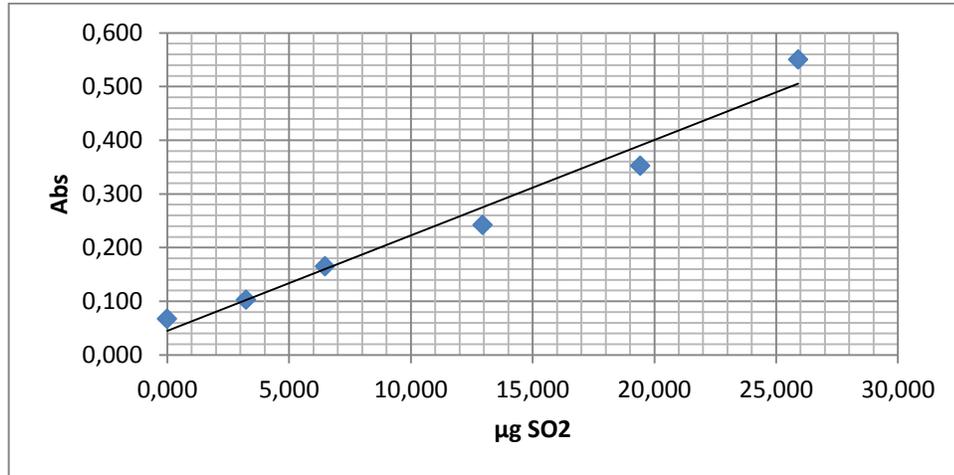
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 6

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0206x + 0,0203$	0,968	[0,00 – 24,576]	[0,058 – 0,572]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 7



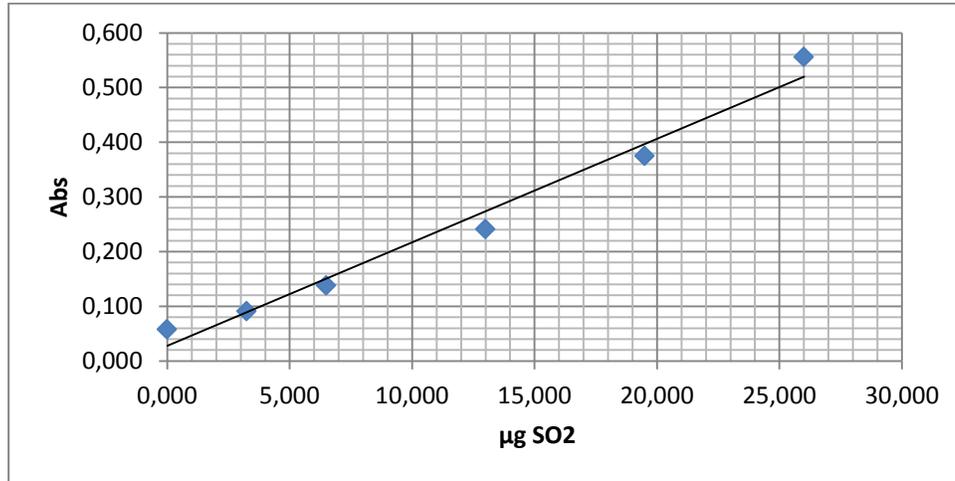
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 7

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0178x + 0,0449$	0,969	[0,00 – 25,907]	[0,067 – 0,550]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 8



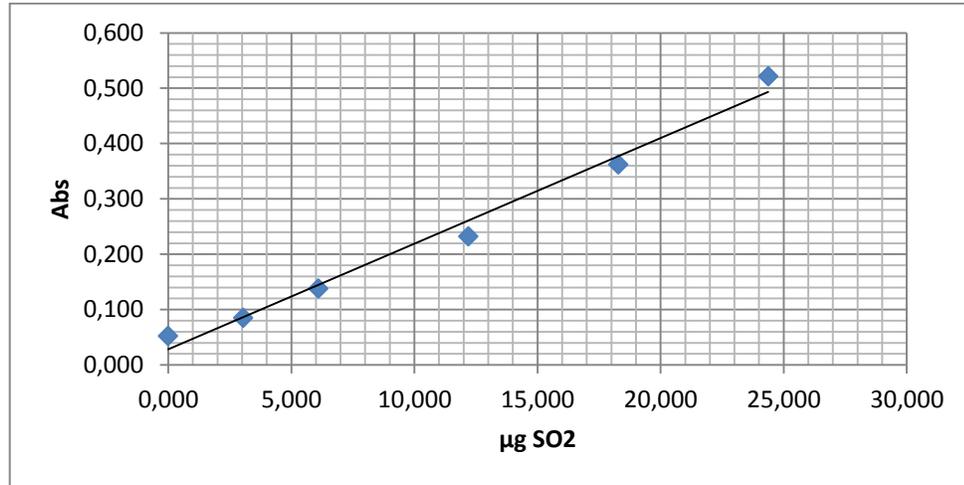
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 8

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0189x + 0,0278$	0,979	[0,00 – 26,010]	[0,058 – 0,556]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 9



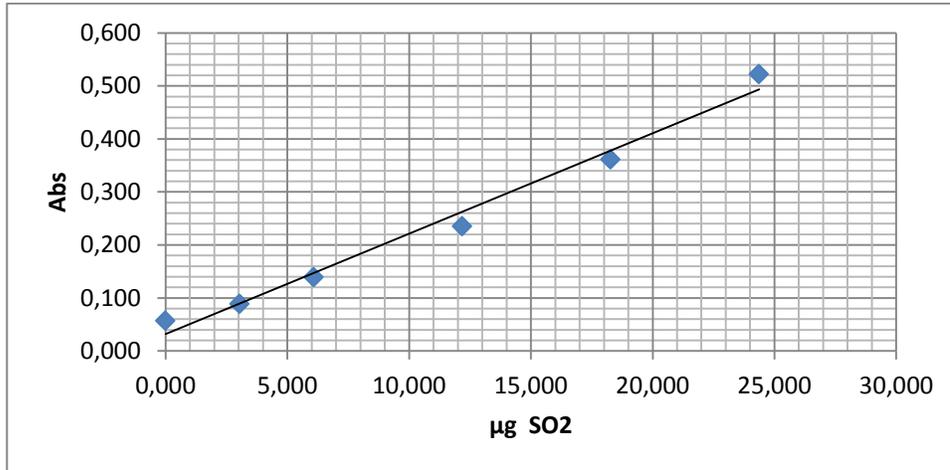
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 9

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0191x + 0,028$	0,985	[0,00 – 24,371]	[0,052 – 0,521]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 10



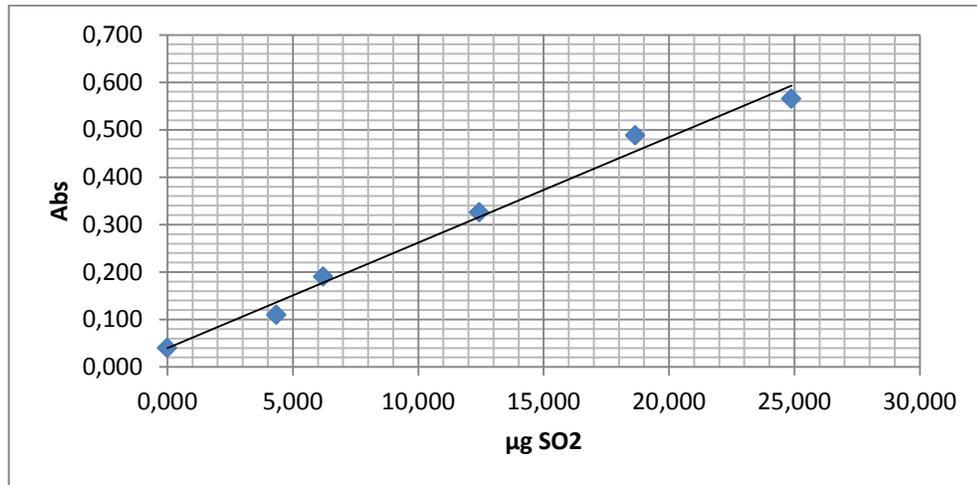
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 10

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0189x + 0,032$	0,984	[0,00 – 24,371]	[0,057 – 0,522]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 11



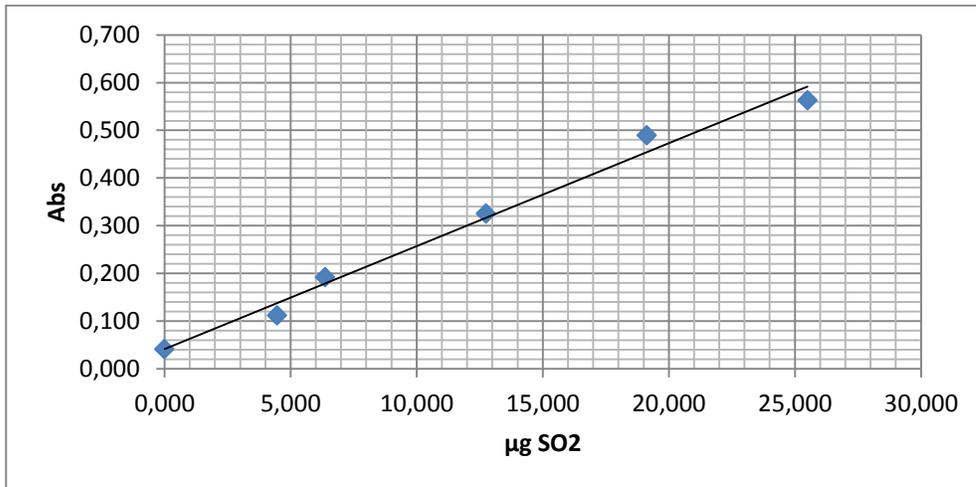
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 11

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0222x + 0,0399$	0,987	[0,00 – 24,883]	[0,040 – 0,565]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 12



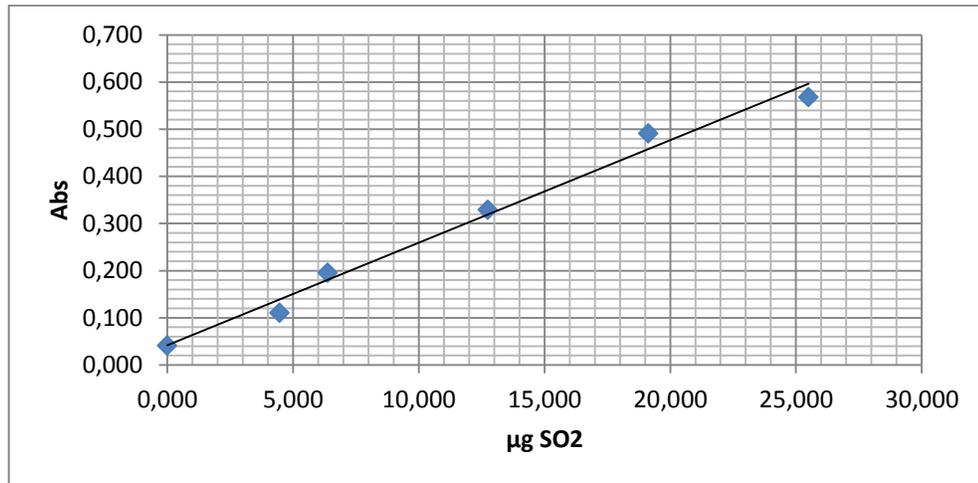
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 12

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0216x + 0,0418$	0,986	[0,00 – 25,498]	[0,041 – 0,563]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 13



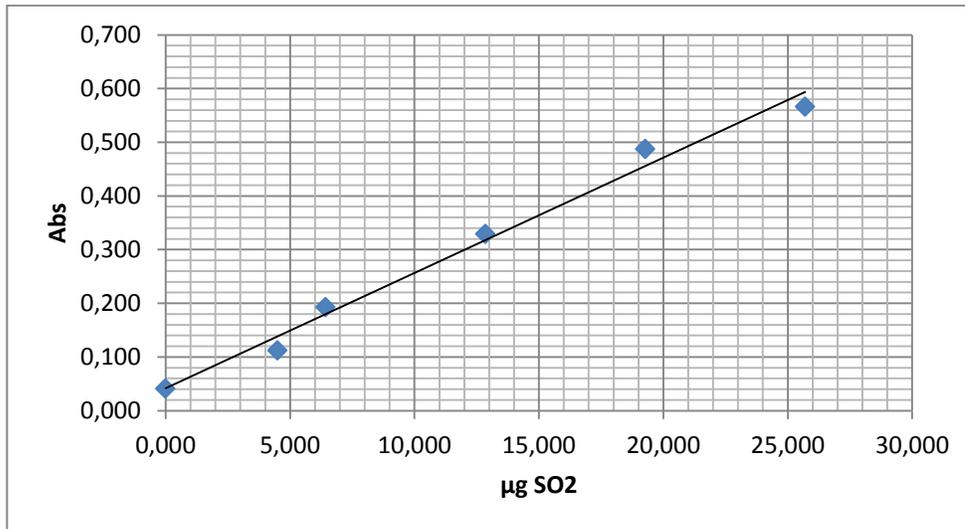
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 13

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0218x + 0,0416$	0,986	[0,00 – 25,498]	[0,041 – 0,563]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 14



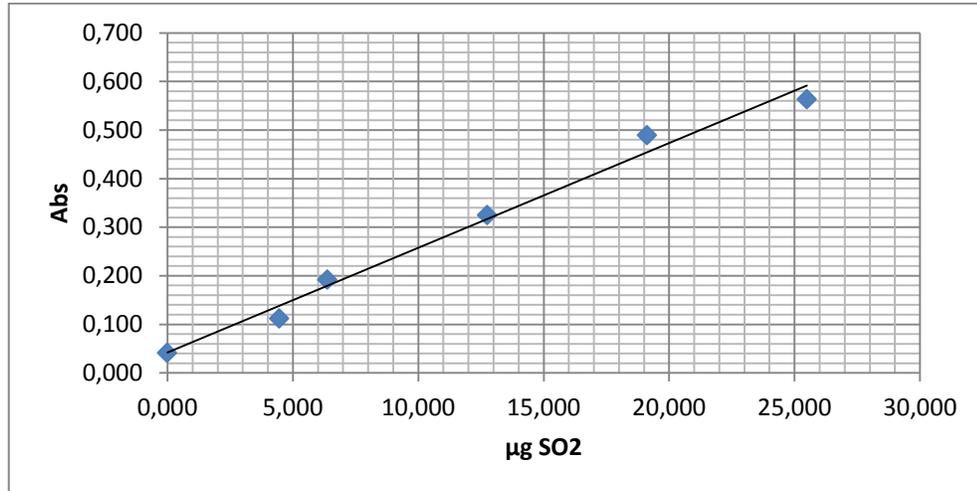
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 14

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0215x + 0,0421$	0,987	[0,00 – 25,702]	[0,041 – 0,566]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 15



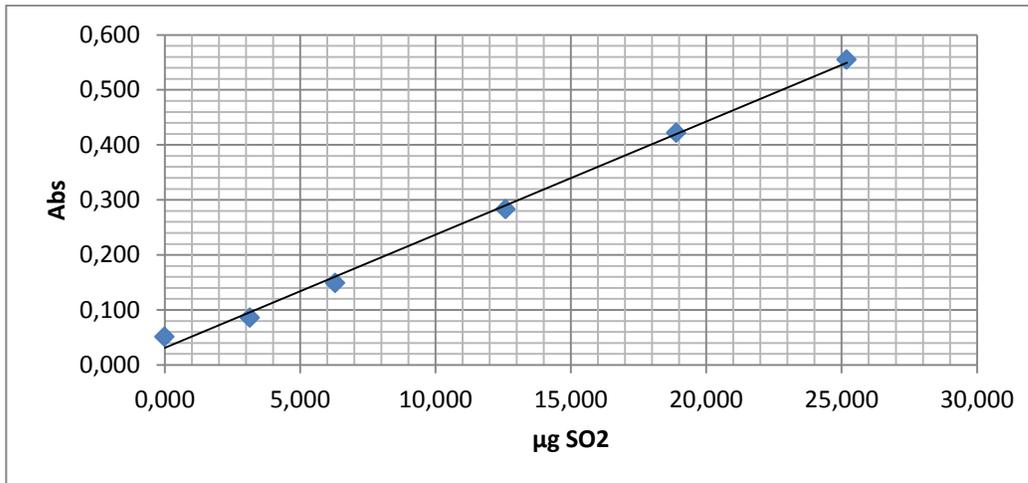
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 15

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0216x + 0,0418$	0,986	[0,00 – 24,883]	[0,038 – 0,562]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 16



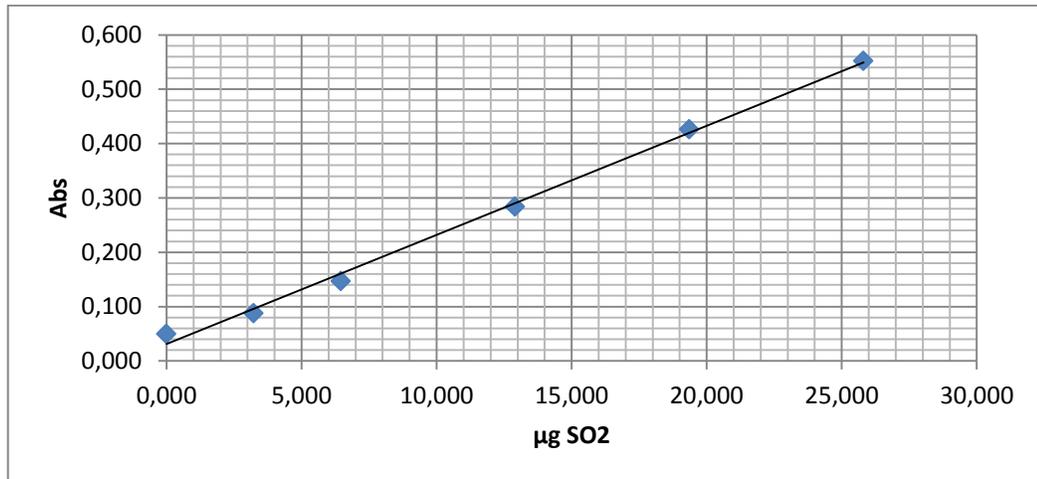
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 16

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0206x + 0,0309$	0,996	[0,00 – 25,190]	[0,051 – 0,555]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 17



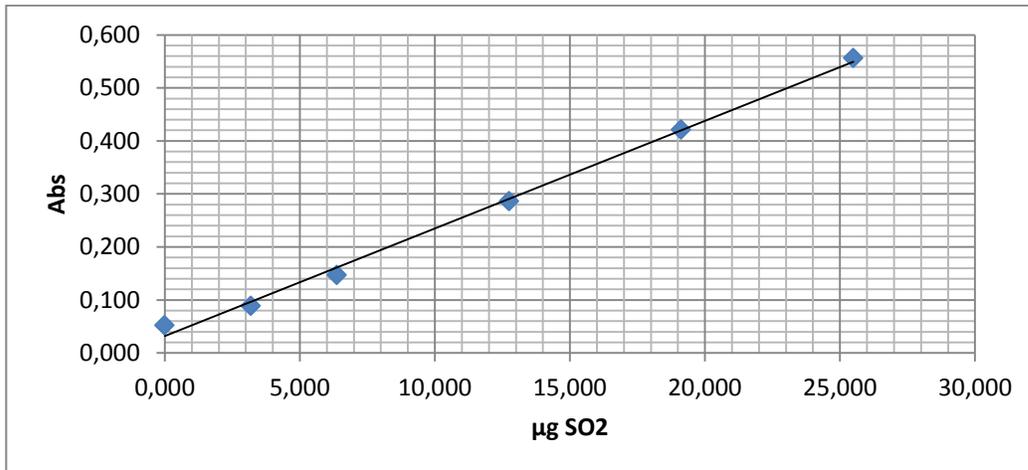
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 17

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0201x + 0,0312$	0,996	[0,00 – 25,805]	[0,050 – 0,552]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 18



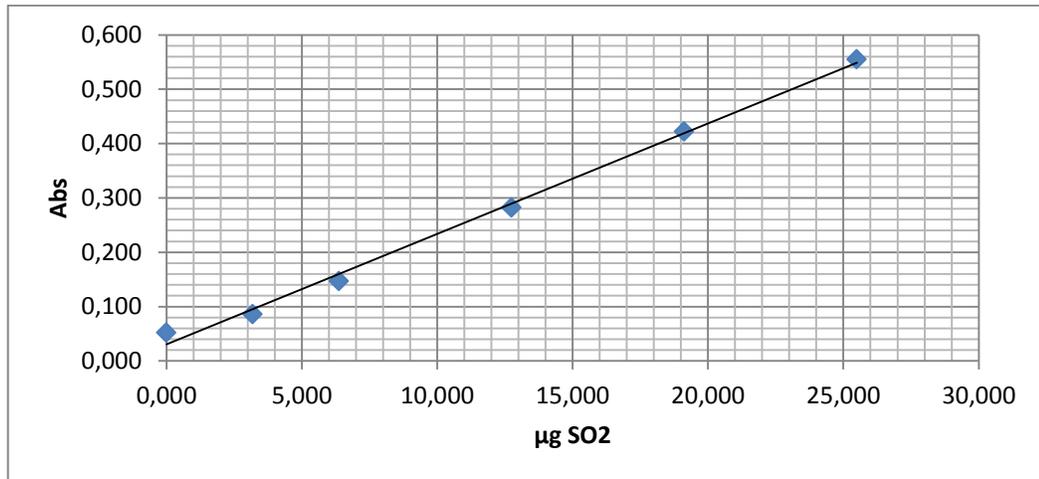
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 18

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0203x + 0,0321$	0,996	[0,00 – 25,498]	[0,052 – 0,556]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 19



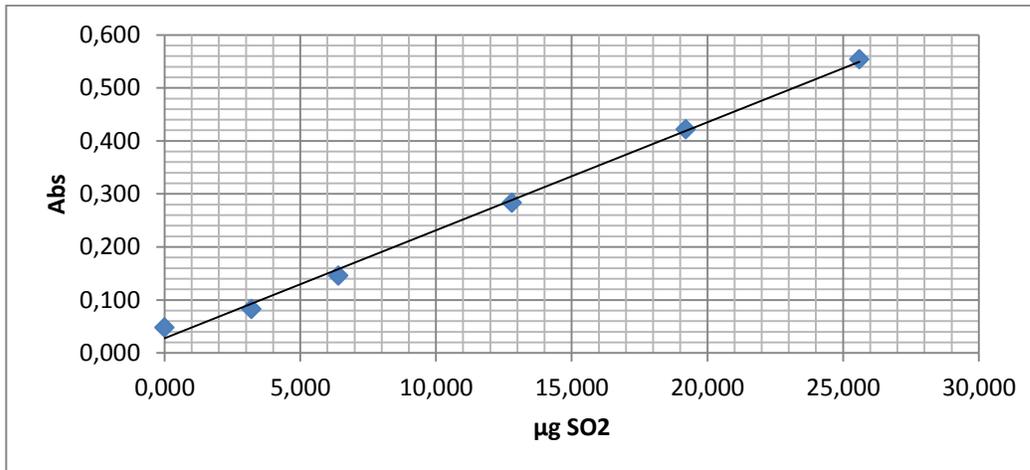
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 19

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0203x + 0,0307$	0,995	[0,00 – 25,498]	[0,052 – 0,555]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 20



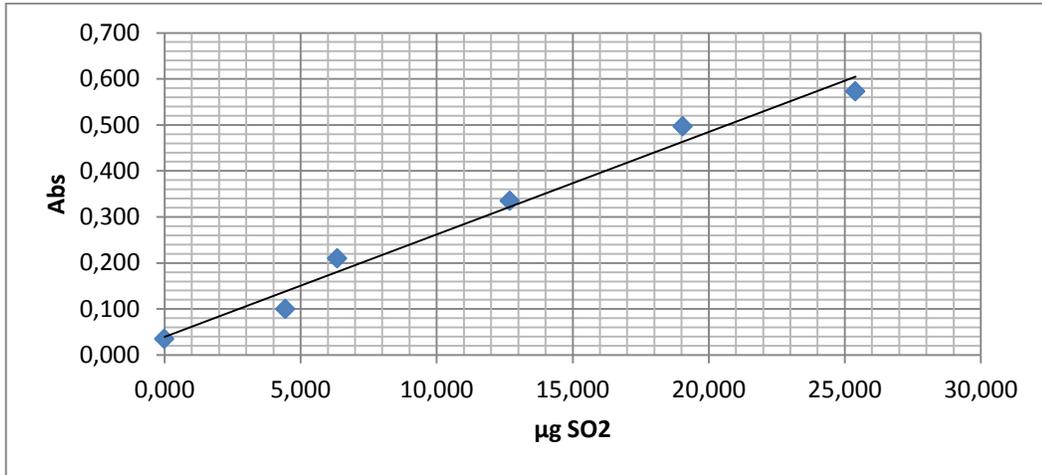
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 20

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0204x + 0,0279$	0,996	[0,00 – 25,600]	[0,048 – 0,554]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 21



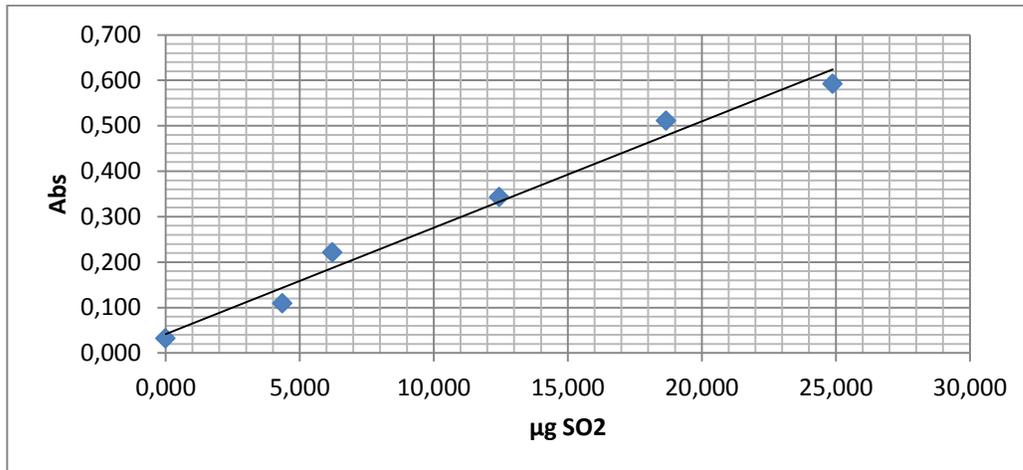
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 21

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0223x + 0,0397$	0,98	[0,00 – 25,395]	[0,035 – 0,573]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 22



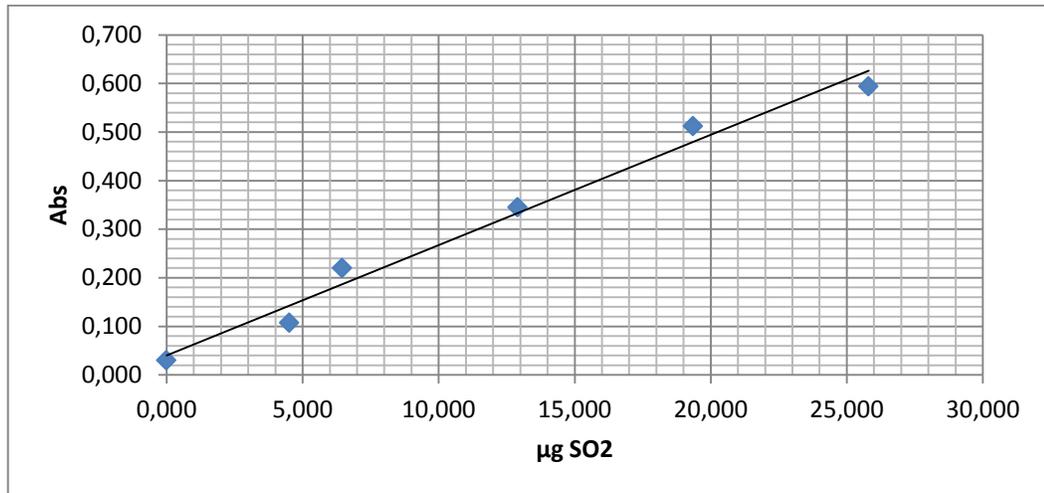
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 22

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0234x + 0,0418$	0,981	[0,00 – 24,883]	[0,032 – 0,592]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 23



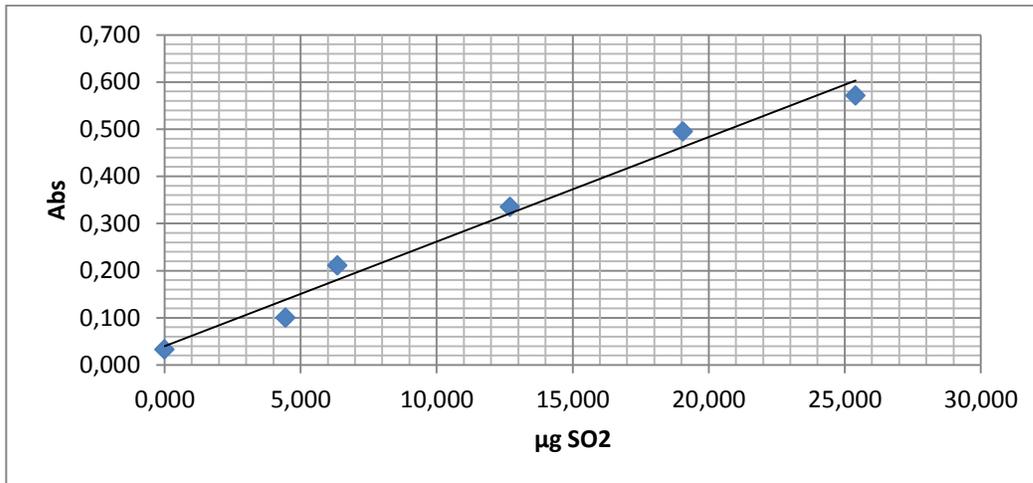
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 23

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0227x + 0,0399$	0,981	[0,00 – 25,805]	[0,030 – 0,594]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 24



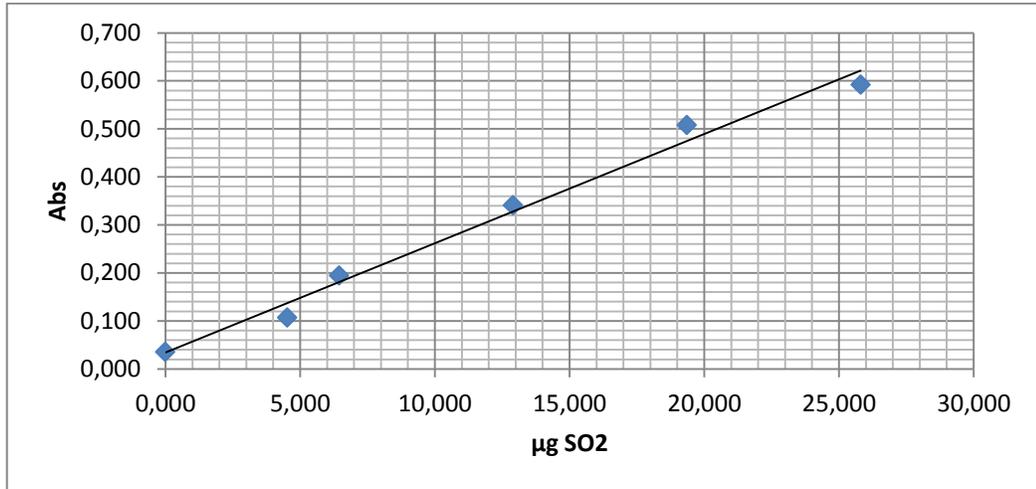
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 24

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0222x + 0,0395$	0,979	[0,00 – 25,395]	[0,033 – 0,571]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 25



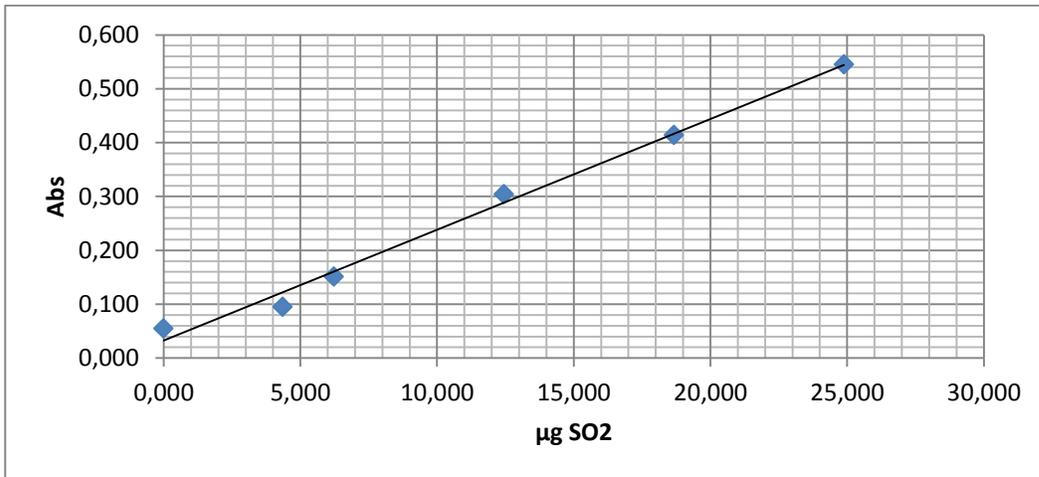
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 25

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0227x + 0,0345$	0,987	[0,00 – 25,805]	[0,035 – 0,592]

Fuente: elaboración propia.

Curva de Calibración, corrida 26



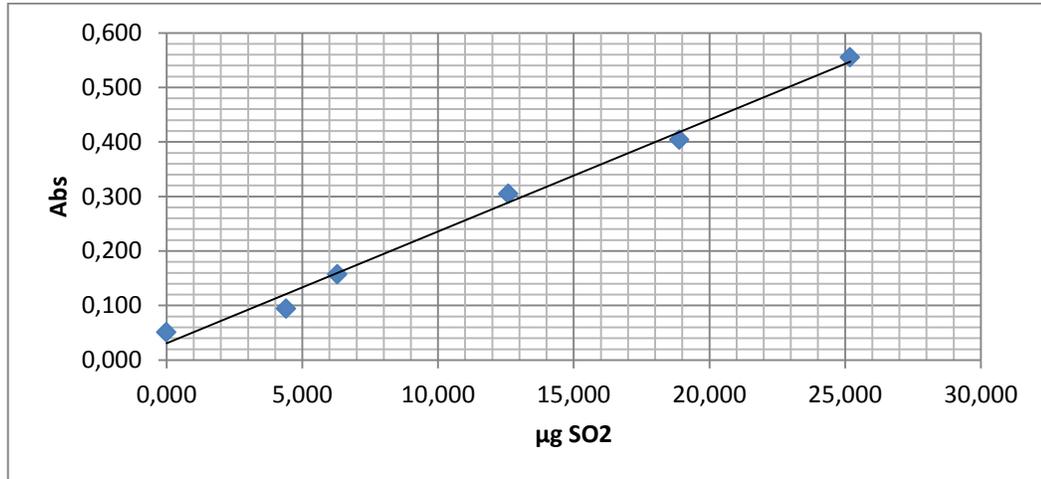
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 26

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0205x + 0,0327$	0,992	[0,00 – 24,883]	[0,035 – 0,554]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 27



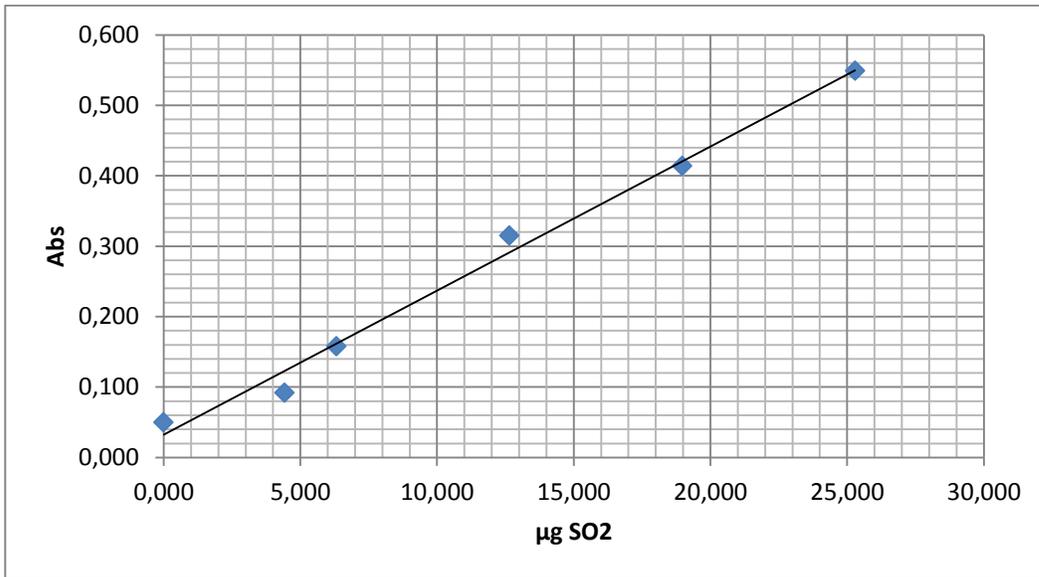
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 27

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0205x + 0,0309$	0,991	[0,00 – 25,190]	[0,051 – 0,555]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 28



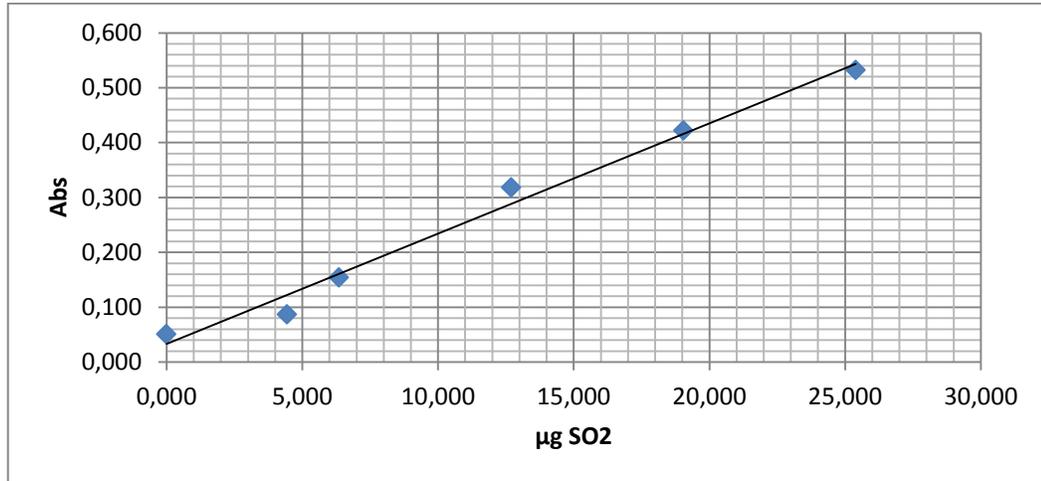
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 28

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0205x + 0,0322$	0,99	[0,00 – 25,293]	[0,050 – 0,549]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 29



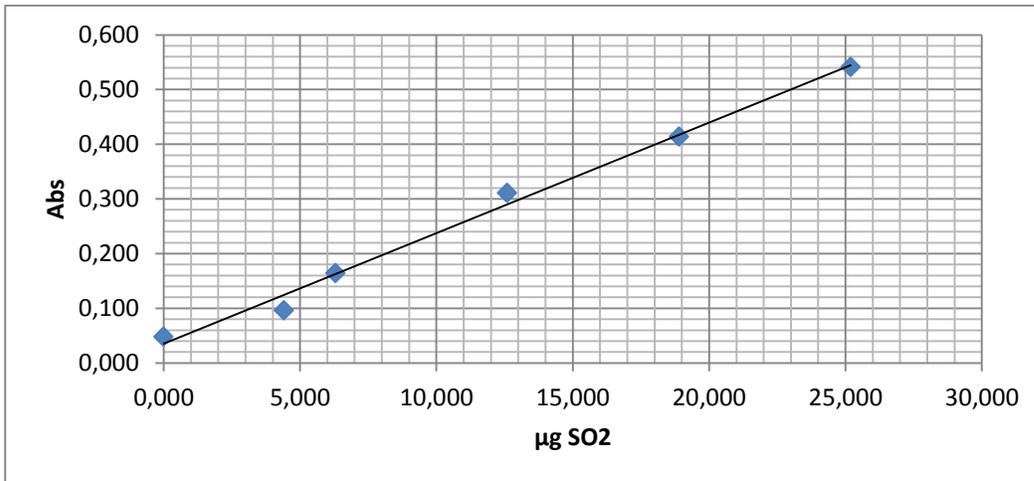
Fuente: Apéndice No. 1, corrida 29.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 29

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0201x + 0,0331$	0,986	[0,00 – 25,395]	[0,051 – 0,532]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 30



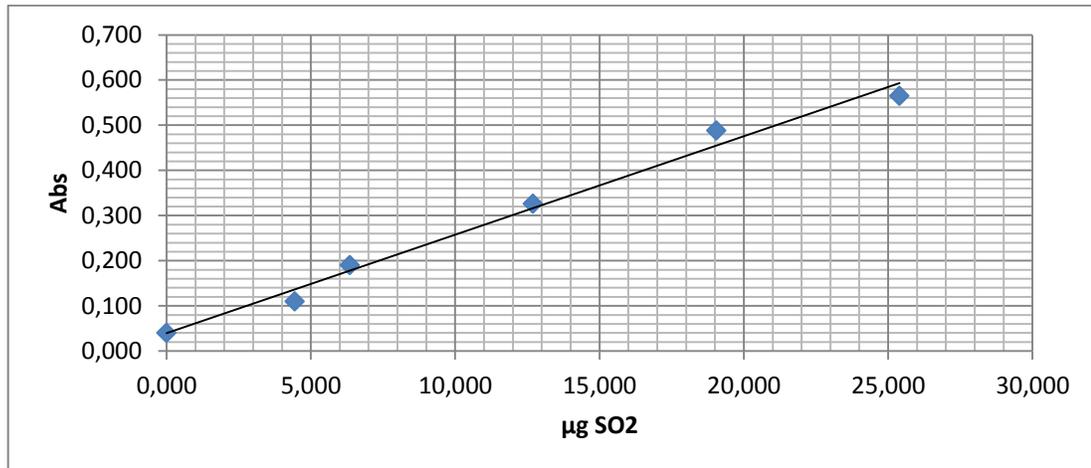
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 30

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0202x + 0,0353$	0,992	[0,00 – 25,190]	[0,048 – 0,541]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 31



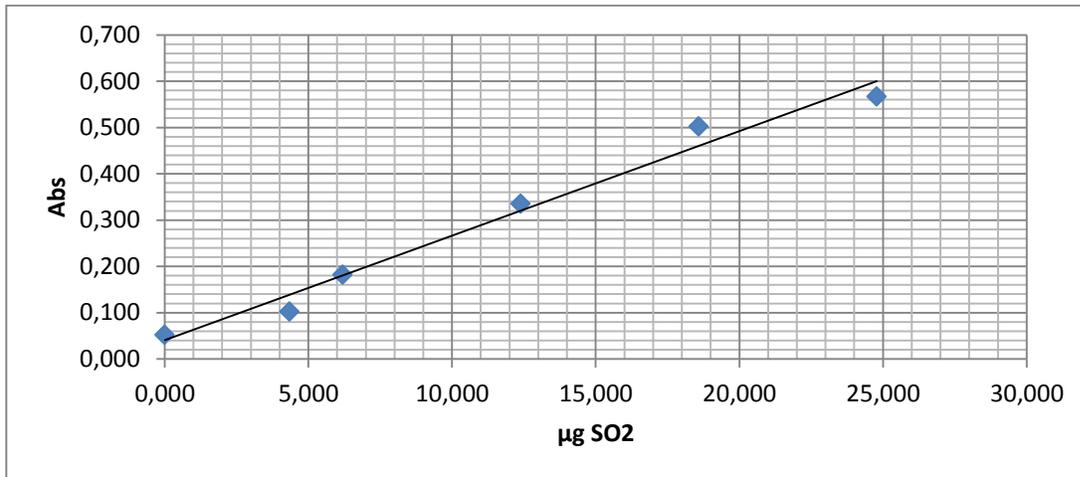
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 31

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0218x + 0,0399$	0,987	[0,00 – 25,395]	[0,040 – 0,565]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 32



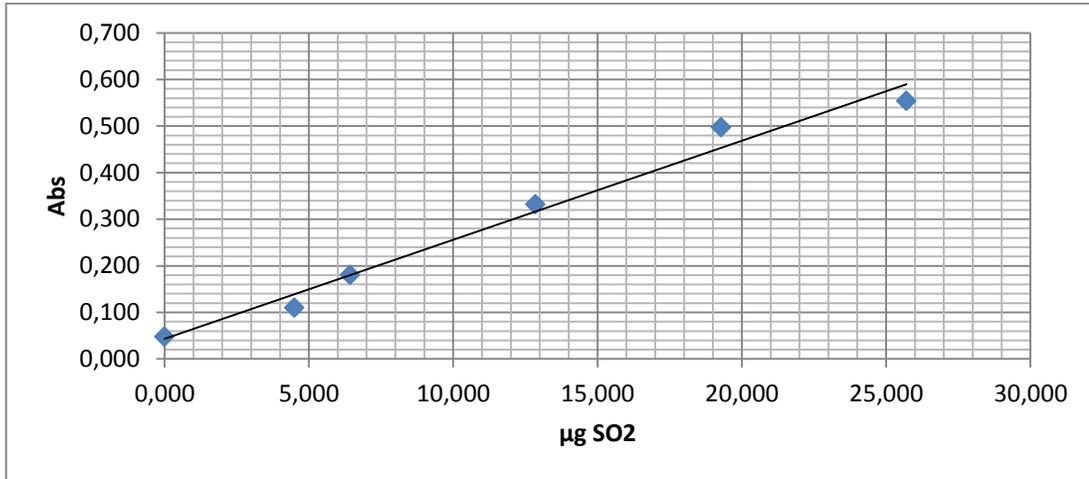
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 32

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0226x + 0,0408$	0,980	[0,00 – 24,781]	[0,052 – 0,567]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 33



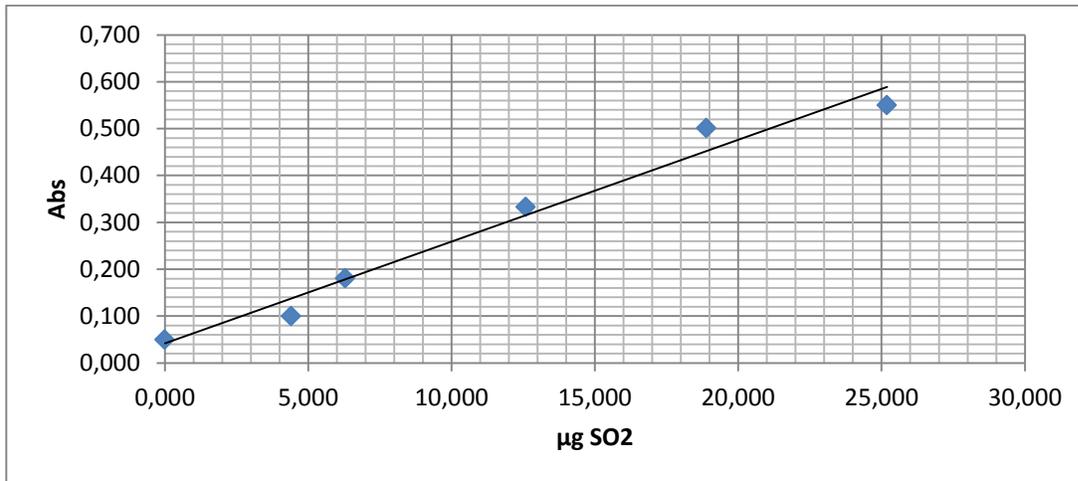
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 33

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0213x + 0,0432$	0,980	[0,00 – 25,702]	[0,048 – 0,554]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 34



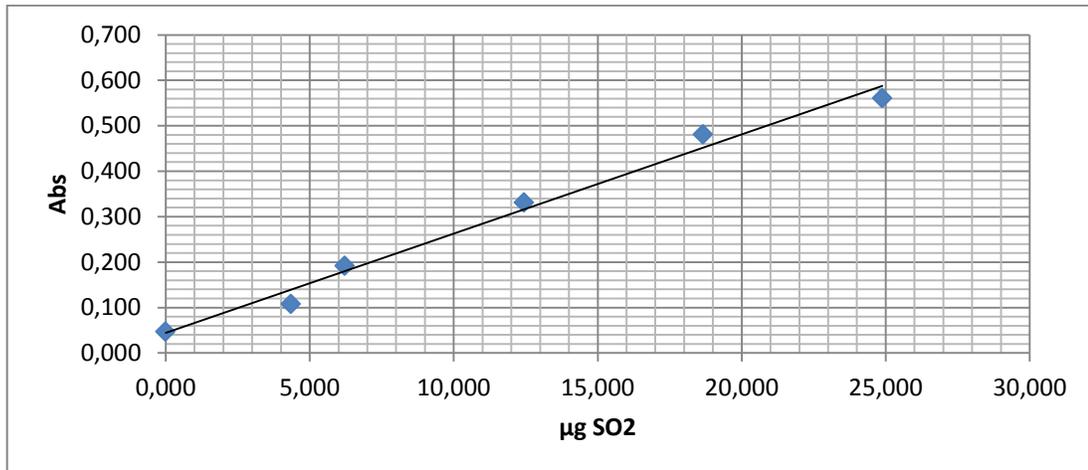
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 34

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0217x + 0,0417$	0,974	[0,00 – 25,190]	[0,050 – 0,550]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 35



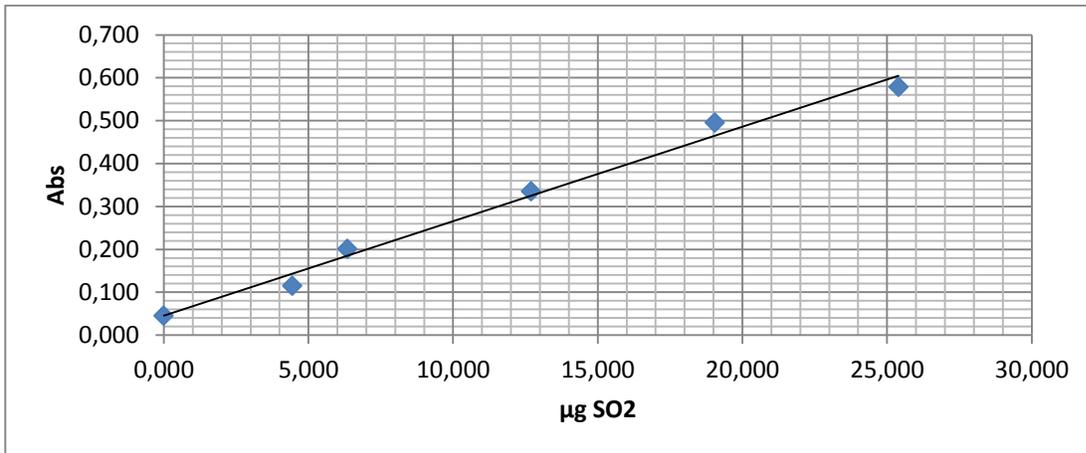
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 35

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0218x + 0,0445$	0,986	[0,00 – 24,883]	[0,047 – 0,561]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 36



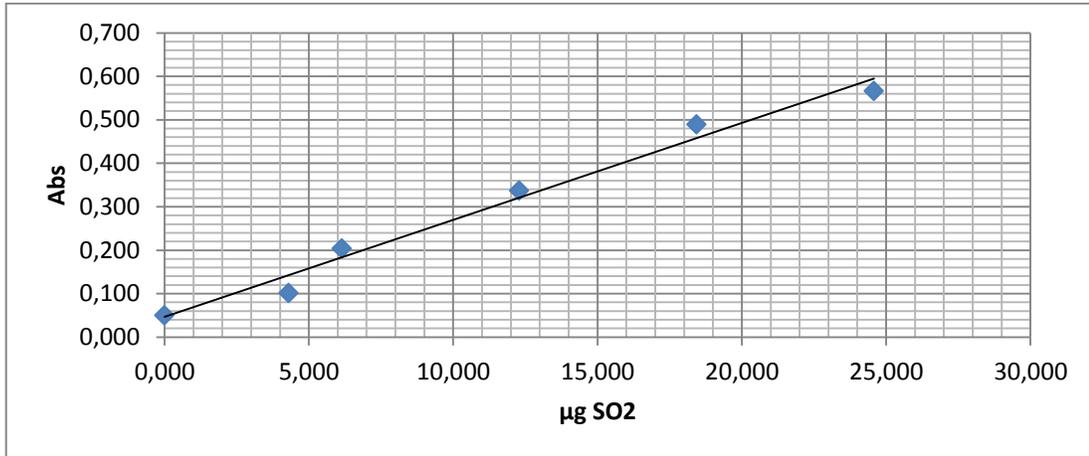
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 36

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,022x + 0,0457$	0,988	[0,00 – 25,395]	[0,045 – 0,578]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 37



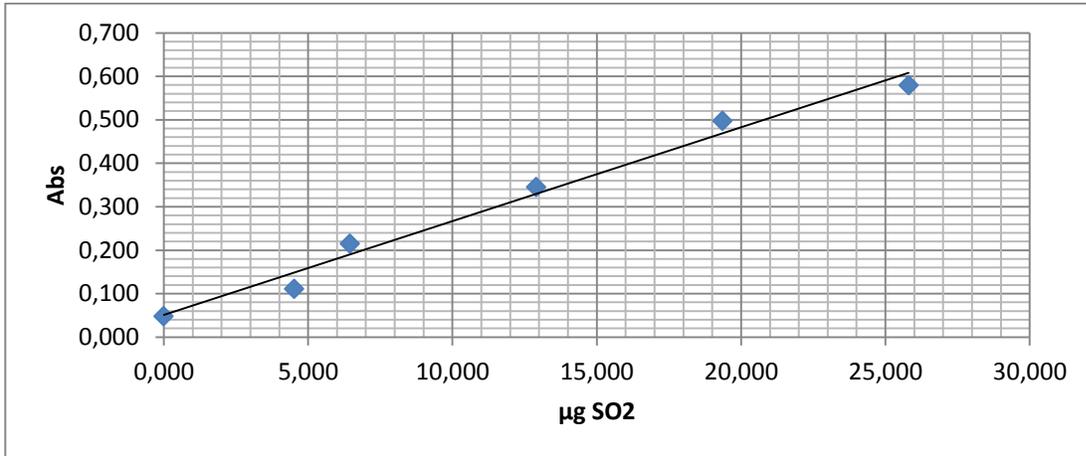
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 37

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0223x + 0,0467$	0,981	[0,00 – 24,576]	[0,050 – 0,566]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 38



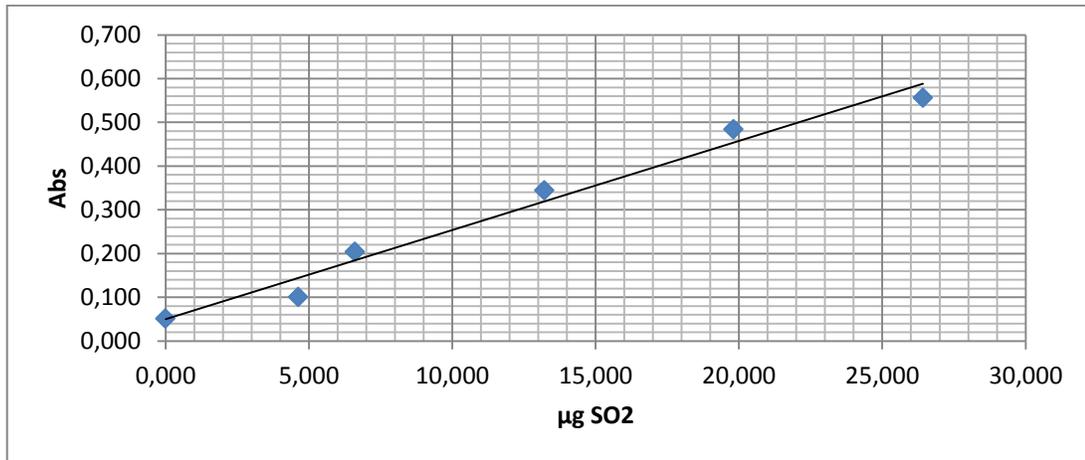
Fuente: elaboración propia..

Modelo matemático curva de calibración, corrida 38

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0216x + 0,0508$	0,983	[0,00 – 25,805]	[0,048 – 0,579]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 39



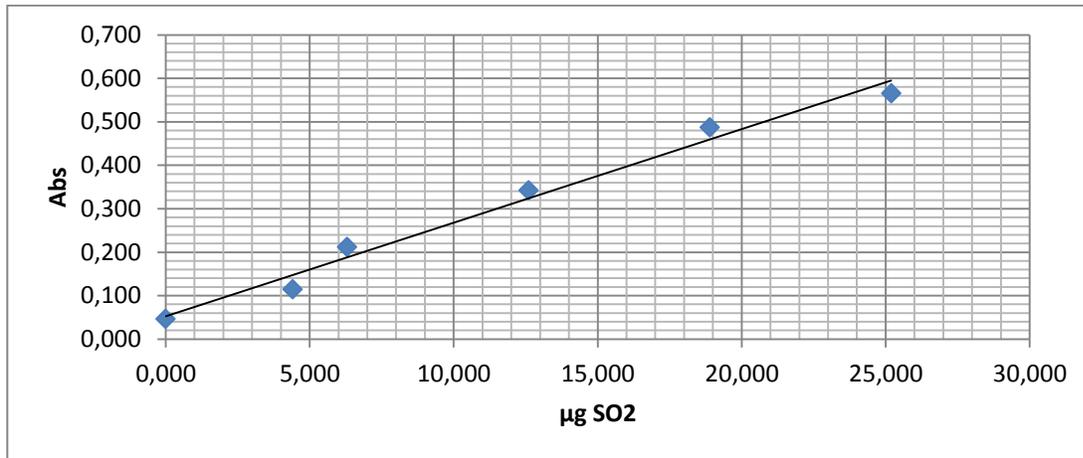
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 39

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0204x + 0,0499$	0,977	[0,00 – 26,419]	[0,051 – 0,556]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 40



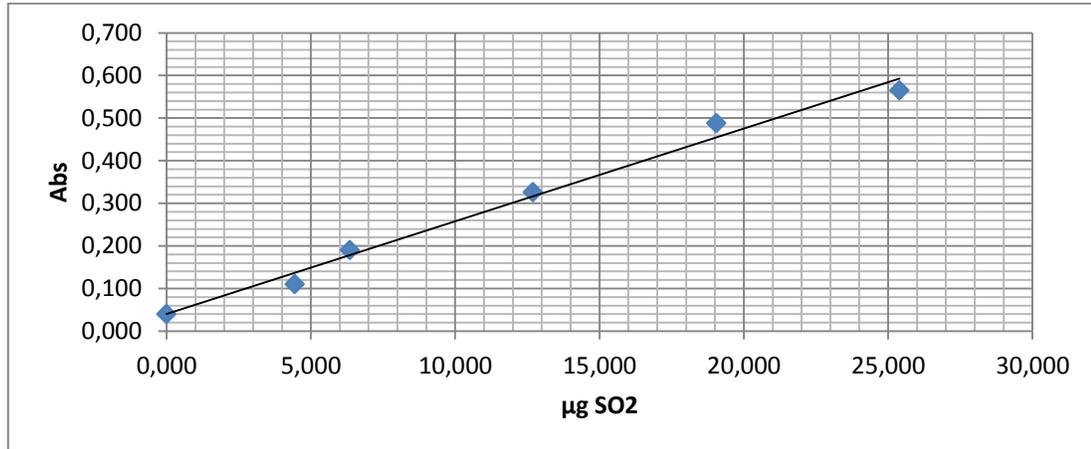
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 40

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez ($\mu\text{g SO}_2$)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0215x + 0,0524$	0,983	[0,00 – 25,190]	[0,046 – 0,565]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 41



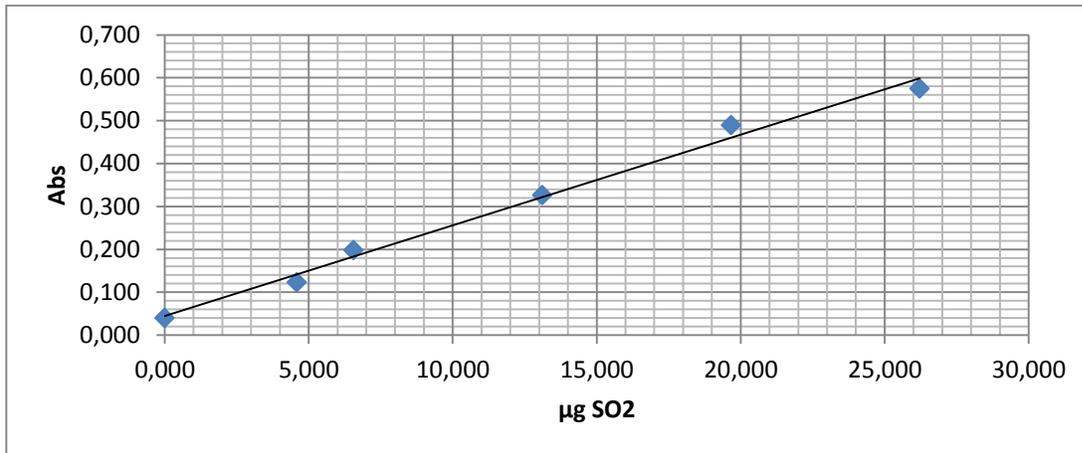
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 41

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0218x + 0,0399$	0,987	[0,00 – 25,395]	[0,040 – 0,565]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 42



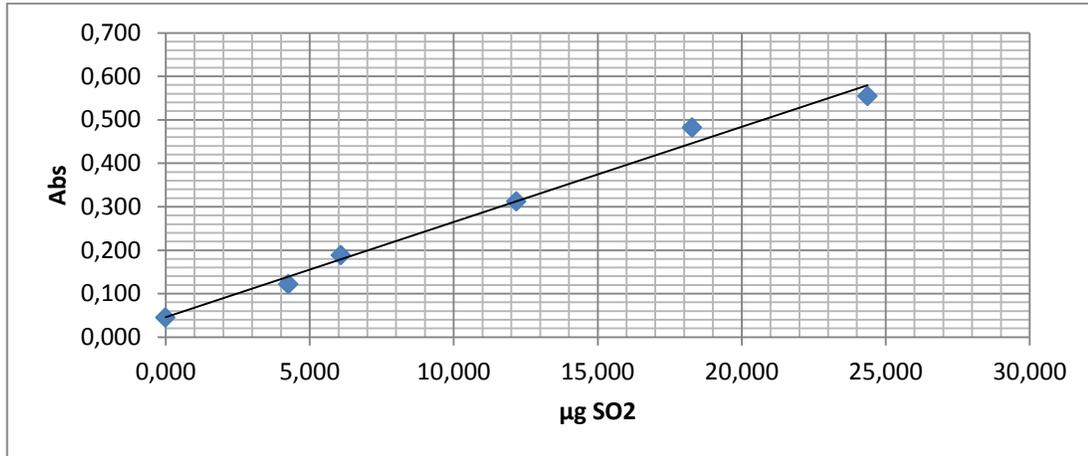
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 42

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0211x + 0,0448$	0,991	[0,00 – 26,214]	[0,040 – 0,575]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 43



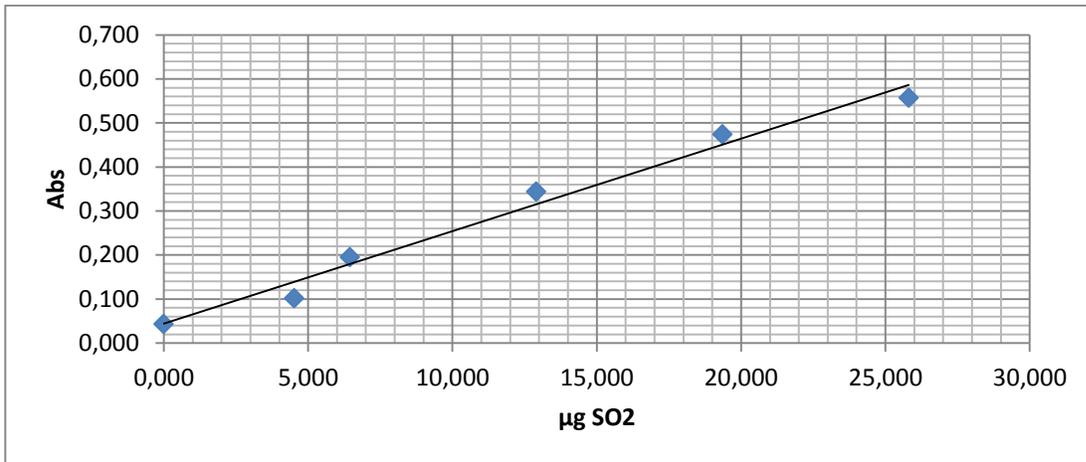
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 43

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0219x + 0,0459$	0,989	[0,00 – 26,371]	[0,045 – 0,554]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 44



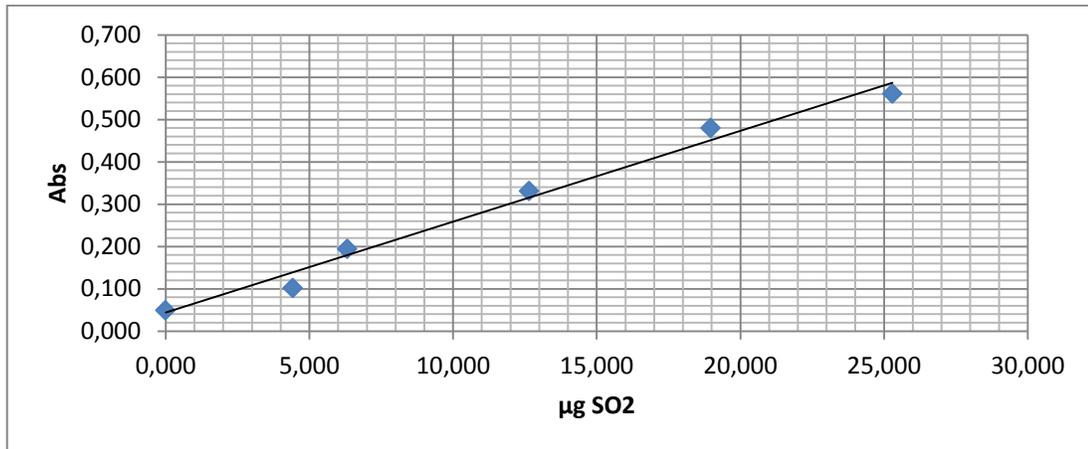
Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 44

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,021x + 0,0442$	0,982	[0,00 – 25,805]	[0,043 – 0,557]

Fuente: elaboración propia.

Curva de calibración, corrida 45



Fuente: elaboración propia.

Modelo matemático curva de calibración, corrida 45

Modelo matemático	Correlación	Intervalo validez (µg SO ₂)	Intervalo validez (absorbancia)
$y = 0,0215x + 0,044$	0,984	[0,00 – 25,293]	[0,049 – 0,561]

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. **Datos calculados del método de pararosanilina**

Corrida	$\mu\text{g SO}_2/\text{m}^3$ aire	I. Sesgo $\mu\text{g}/\text{m}^3$	I. Combinada $\mu\text{g}/\text{m}^3$	I. Expandida $\mu\text{g}/\text{m}^3$
1	5,242	1,208	1,568	3,136
2	6,097	1,525	1,824	3,648
3	6,203	1,565	1,857	3,714
4	5,067	1,144	1,520	3,039
5	3,845	0,738	1,243	2,486
6	6,489	1,673	1,949	3,898
7	2,789	0,520	1,127	2,254
8	5,916	1,457	1,767	3,534
9	5,672	1,364	1,692	3,383
10	4,942	1,408	1,727	3,455
11	0,365	0,992	1,408	2,817
12	0,257	1,028	1,434	2,869
13	0,223	1,040	1,443	2,886
14	0,371	0,988	1,406	2,811
15	0,289	1,017	1,426	2,853
16	1,040	0,769	1,261	2,523
17	1,045	0,767	1,261	2,521
18	0,980	0,787	1,273	2,545
19	1,079	0,757	1,254	2,509
20	1,152	0,735	1,241	2,483
21	0,856	0,842	1,307	2,614
22	0,712	0,883	1,334	2,667
23	0,841	0,848	1,311	2,622
24	1,048	0,781	1,269	2,537
25	1,545	0,650	1,192	2,385
26	3,100	0,310	1,096	2,192
27	3,371	0,372	1,138	2,277
28	3,184	0,327	1,107	2,214
29	2,919	0,279	1,078	2,155
30	2,630	0,505	1,120	2,240
31	1,003	0,795	1,277	2,554
32	1,014	0,787	1,273	2,546
33	0,619	0,908	1,351	2,702
34	0,720	0,881	1,333	2,666
35	0,749	0,866	1,323	2,646
36	0,773	0,855	1,315	2,631
37	0,856	0,827	1,298	2,595
38	0,220	1,040	1,443	2,886
39	0,153	1,064	1,460	2,921
40	0,372	0,988	1,406	2,812
41	0,844	0,832	1,301	2,601
42	0,165	1,060	1,457	2,914
43	0,143	1,068	1,463	2,926
44	0,529	0,509	1,122	2,244
45	0,420	0,972	1,395	2,789

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. **Datos para el método de determinación de material particulado (PM₁₀)**

Corrida	Masa del filtro antes de muestreo (g)	Masa del filtro después de muestreo (g)	Diferencia gravimétrica (g)	Diferencia gravimétrica (µg)
1	0,09818	0,09917	0,00099	0,98500
2	0,09832	0,09932	0,00100	0,99500
3	0,09621	0,09724	0,00103	1,03000
4	0,09545	0,09771	0,00226	2,26000
5	0,09640	0,09775	0,00135	1,35000
6	0,09806	0,09905	0,00098	0,98500
7	0,09829	0,09865	0,00037	0,36500
8	0,09803	0,09904	0,00101	1,00500
9	0,09825	0,09922	0,00097	0,97000
10	0,09767	0,09864	0,00097	0,97000
11	0,09805	0,09874	0,00069	0,69000
12	0,09810	0,09878	0,00068	0,67500
13	0,09821	0,09918	0,00097	0,97000
14	0,09868	0,09885	0,00017	0,17000
15	0,09820	0,09882	0,00062	0,62000
16	0,09845	0,09871	0,00026	0,26000
17	0,09859	0,09887	0,00028	0,27500
18	0,09796	0,09895	0,00099	0,98500
19	0,09904	0,09971	0,00066	0,66500
20	0,09816	0,09913	0,00096	0,96500
21	0,09821	0,09846	0,00025	0,24500
22	0,09806	0,09844	0,00038	0,38500
23	0,09816	0,09913	0,00098	0,97500
24	0,09794	0,09892	0,00098	0,97500
25	0,09671	0,09768	0,00097	0,97000
26	0,09816	0,09912	0,00097	0,96500
27	0,09826	0,09863	0,00037	0,37000
28	0,09832	0,09930	0,00097	0,97500
29	0,09814	0,09846	0,00032	0,32000
30	0,09806	0,09846	0,00040	0,40000
31	0,09849	0,09946	0,00097	0,97000
32	0,09782	0,09813	0,00031	0,31000
33	0,09821	0,09875	0,00054	0,53500
34	0,09819	0,09853	0,00034	0,33500
35	0,09791	0,09888	0,00096	0,96500
36	0,09813	0,09850	0,00037	0,37000
37	0,09795	0,09836	0,00041	0,41000
38	0,09833	0,09866	0,00032	0,32500
39	0,09822	0,09843	0,00021	0,21000
40	0,09827	0,09858	0,00031	0,31000
41	0,09789	0,09888	0,00099	0,98500
42	0,09810	0,09843	0,00033	0,33000
43	0,09824	0,09924	0,00100	1,00000
44	0,09848	0,09878	0,00030	0,30000
45	0,09822	0,09919	0,00096	0,96500

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. **Datos calculados método gravimétrico (PM₁₀)**

Corrida	µg PM ₁₀ /m ³ aire	I. Sesgo µg/m ³	I. Combinada µg/m ³	I. Expandida µg/m ³
1	0,041	0,632	1,183	2,366
2	0,041	0,640	1,187	2,375
3	0,043	0,671	1,205	2,409
4	0,094	2,226	2,441	4,881
5	0,056	1,025	1,432	2,863
6	0,041	0,632	1,183	2,366
7	0,015	0,718	1,231	2,462
8	0,042	0,649	1,192	2,384
9	0,040	0,619	1,176	2,353
10	0,040	0,619	1,176	2,353
11	0,029	0,509	1,122	2,244
12	0,028	0,511	1,123	2,246
13	0,040	0,619	1,176	2,353
14	0,007	0,978	1,398	2,797
15	0,026	0,526	1,130	2,260
16	0,011	0,841	1,307	2,613
17	0,011	0,822	1,294	2,589
18	0,041	0,632	1,183	2,366
19	0,028	0,513	1,124	2,247
20	0,040	0,615	1,174	2,348
21	0,010	0,861	1,320	2,639
22	0,016	0,697	1,219	2,438
23	0,041	0,623	1,178	2,357
24	0,041	0,623	1,178	2,357
25	0,040	0,619	1,176	2,353
26	0,040	0,615	1,174	2,348
27	0,015	0,713	1,228	2,456
28	0,041	0,623	1,178	2,357
29	0,013	0,768	1,261	2,521
30	0,017	0,682	1,211	2,421
31	0,040	0,619	1,176	2,353
32	0,013	0,779	1,268	2,536
33	0,022	0,570	1,151	2,302
34	0,014	0,751	1,250	2,501
35	0,040	0,615	1,174	2,348
36	0,015	0,713	1,228	2,456
37	0,017	0,673	1,205	2,410
38	0,014	0,762	1,257	2,514
39	0,009	0,911	1,353	2,706
40	0,013	0,779	1,268	2,536
41	0,041	0,632	1,183	2,366
42	0,014	0,756	1,254	2,508
43	0,042	0,645	1,190	2,379
44	0,012	0,791	1,275	2,550
45	0,040	0,615	1,174	2,348

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. **Datos para el método de determinación de material particulado (PM_{2.5})**

Corrida	Masa del filtro antes de muestreo (g)	Masa del filtro después de muestreo (g)	Diferencia gravimétrica (g)	Diferencia gravimétrica (µg)
1	0,14576	0,14615	0,00040	0,39500
2	0,14588	0,14631	0,00043	0,43000
3	0,14622	0,14653	0,00031	0,31000
4	0,14533	0,14562	0,00029	0,29000
5	0,14554	0,14581	0,00027	0,27000
6	0,14532	0,14572	0,00040	0,40000
7	0,14542	0,14613	0,00071	0,70500
8	0,14571	0,14611	0,00041	0,40500
9	0,14562	0,14588	0,00026	0,26000
10	0,14584	0,14608	0,00024	0,23500
11	0,14622	0,14632	0,00011	0,10500
12	0,14523	0,14542	0,00019	0,18500
13	0,14602	0,14621	0,00020	0,19500
14	0,14571	0,14591	0,00020	0,20000
15	0,14552	0,14559	0,00007	0,07000
16	0,14576	0,14603	0,00027	0,27000
17	0,14565	0,14602	0,00037	0,37000
18	0,14587	0,14622	0,00035	0,35500
19	0,14571	0,14581	0,00010	0,09500
20	0,14573	0,14674	0,00101	1,00500
21	0,14572	0,14587	0,00014	0,14500
22	0,14586	0,14607	0,00021	0,20500
23	0,14583	0,14603	0,00020	0,20000
24	0,14554	0,14574	0,00020	0,20000
25	0,14589	0,14598	0,00009	0,09000
26	0,14622	0,14645	0,00022	0,22500
27	0,14595	0,14620	0,00025	0,25000
28	0,14571	0,14601	0,00031	0,30500
29	0,14544	0,14575	0,00031	0,31500
30	0,14582	0,14591	0,00009	0,08500
31	0,14571	0,14598	0,00026	0,26500
32	0,14543	0,14563	0,00020	0,20500
33	0,14577	0,14597	0,00020	0,19500
34	0,14590	0,14613	0,00023	0,23000
35	0,14542	0,14553	0,00011	0,11000
36	0,14573	0,14593	0,00020	0,19500
37	0,14585	0,14603	0,00018	0,17500
38	0,14567	0,14587	0,00020	0,20000
39	0,14572	0,14587	0,00015	0,14500
40	0,14576	0,14596	0,00020	0,20000
41	0,14583	0,14615	0,00032	0,32000
42	0,14582	0,14598	0,00016	0,16500
43	0,14593	0,14616	0,00023	0,23000
44	0,14622	0,14634	0,00011	0,11500
45	0,14563	0,14598	0,00035	0,35000

Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. **Datos calculados método gravimétrico (PM_{2.5})**

Corrida	µg PM ₂ /m ³ aire	I. Sesgo µg/m ³	I. Combinada µg/m ³	I. Expandida µg/m ³
1	0,016	0,747	1,248	2,496
2	0,018	0,844	1,308	2,617
3	0,013	0,586	1,159	2,318
4	0,012	0,572	1,152	2,304
5	0,011	0,569	1,151	2,301
6	0,017	0,760	1,256	2,512
7	0,029	1,793	2,053	4,106
8	0,017	0,773	1,264	2,528
9	0,011	0,573	1,152	2,305
10	0,010	0,595	1,164	2,328
11	0,004	1,041	1,443	2,887
12	0,008	0,697	1,219	2,438
13	0,008	0,671	1,204	2,409
14	0,008	0,659	1,198	2,395
15	0,003	1,364	1,691	3,383
16	0,011	0,569	1,151	2,301
17	0,015	0,686	1,213	2,425
18	0,015	0,654	1,195	2,390
19	0,004	1,112	1,496	2,991
20	0,042	2,919	3,086	6,172
21	0,006	0,834	1,302	2,604
22	0,009	0,648	1,191	2,383
23	0,008	0,659	1,198	2,395
24	0,008	0,659	1,198	2,395
25	0,004	1,152	1,526	3,052
26	0,009	0,610	1,171	2,342
27	0,010	0,579	1,156	2,312
28	0,013	0,581	1,157	2,313
29	0,013	0,591	1,162	2,323
30	0,004	1,197	1,560	3,119
31	0,011	0,571	1,151	2,303
32	0,009	0,648	1,191	2,383
33	0,008	0,671	1,204	2,409
34	0,010	0,602	1,167	2,335
35	0,005	1,009	1,421	2,841
36	0,008	0,671	1,204	2,409
37	0,007	0,727	1,236	2,472
38	0,008	0,659	1,198	2,395
39	0,006	0,834	1,302	2,604
40	0,008	0,659	1,198	2,395
41	0,013	0,597	1,165	2,329
42	0,007	0,759	1,255	2,511
43	0,010	0,602	1,167	2,335
44	0,005	0,979	1,400	2,799
45	0,015	0,644	1,190	2,379

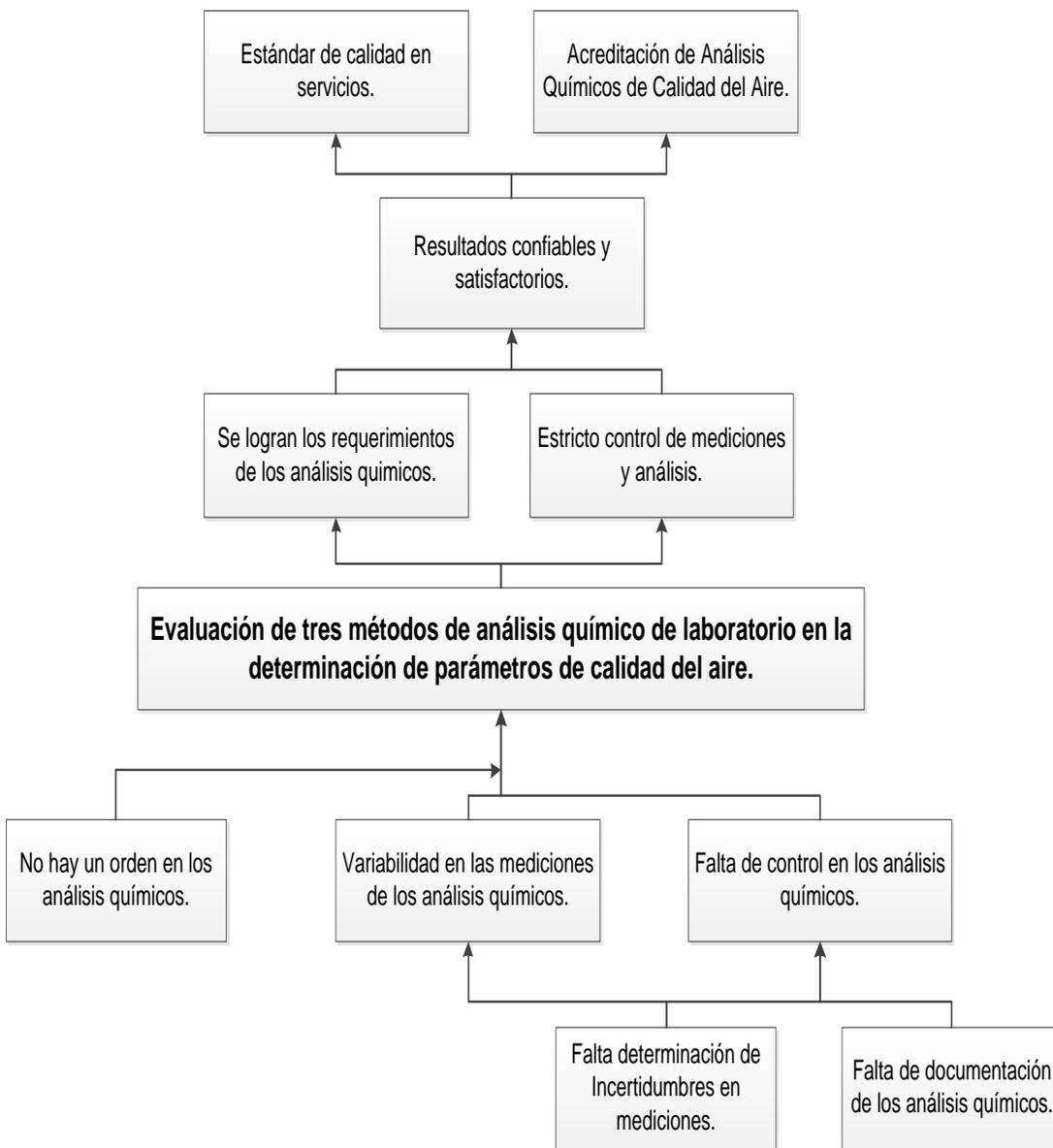
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 10. **Tabla de requisitos académicos**

Área de estudio	Curso	Temática general	Temática específica
Química	<ul style="list-style-type: none"> Química 3 Química 4 Análisis cualitativo Análisis cuantitativo Ecología Química ambiental 	<ul style="list-style-type: none"> Métodos analíticos 	<ul style="list-style-type: none"> Nomenclatura química Estequiometría Reactivos y soluciones Gravimetría Complejometría Evaluación de datos analíticos Titulaciones Indicadores químicos Gas ideal
Físico-química	<ul style="list-style-type: none"> Físicoquímica 1 Físicoquímica 2 Termodinámica 4 	<ul style="list-style-type: none"> Propiedades fisicoquímicas de sustancias puras y mezclas. Métodos espectrofotométricos de análisis. 	<ul style="list-style-type: none"> Espectrofotometría Espectrofotometría de absorción Ley de Beer Gas real
Operaciones unitarias	<ul style="list-style-type: none"> Flujo de fluidos 	<ul style="list-style-type: none"> Propiedades de fluidos. 	<ul style="list-style-type: none"> Flujo volumétrico Presión Temperatura de fluido
Área de ciencias básicas	<ul style="list-style-type: none"> Matemática Estadística 	<ul style="list-style-type: none"> Medidas de tendencia central. Tratamiento estadístico de datos. 	<ul style="list-style-type: none"> Desviación lineal Detección de errores sistemáticos Nivel de confianza Incertidumbres Máximos cuadrados

Fuente: elaboración propia.

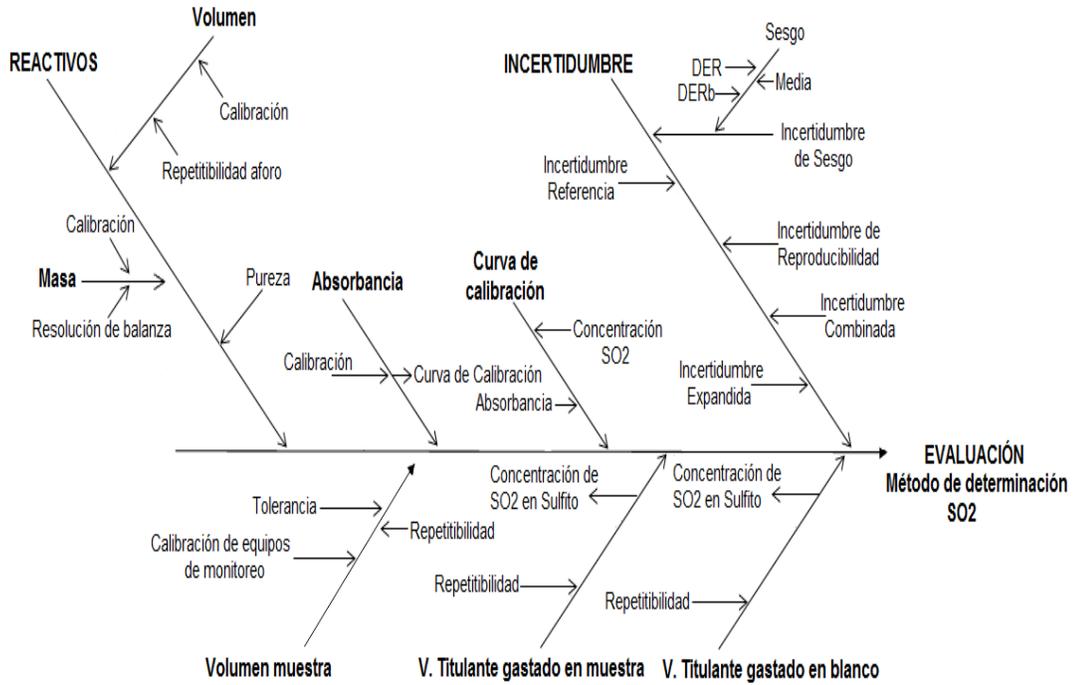
Apéndice 11. **Árbol de problemas**



Fuente: elaboración propia.

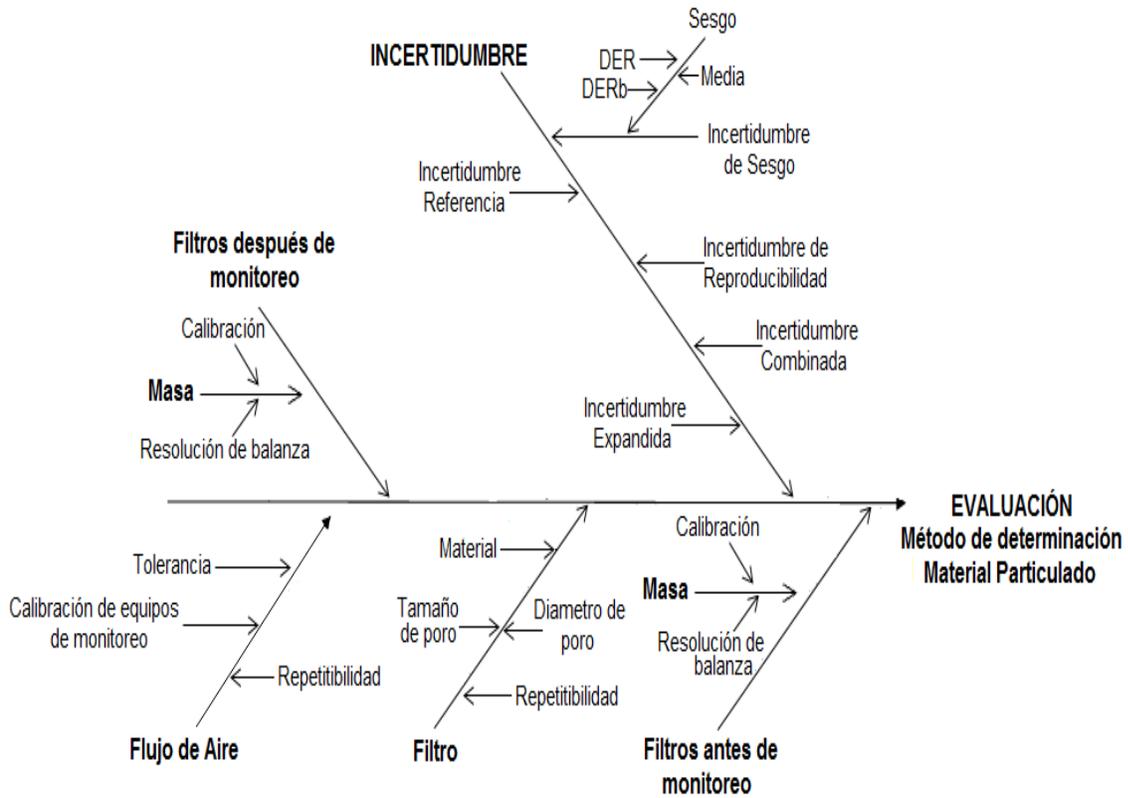
Apéndice 12. Diagrama de Ishikawa

- Método de determinación de dióxido de azufre (SO₂)



Fuente: elaboración propia.

- Método de determinación de material particulado



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 13. **Curva de calibración del método de pararosanilina**



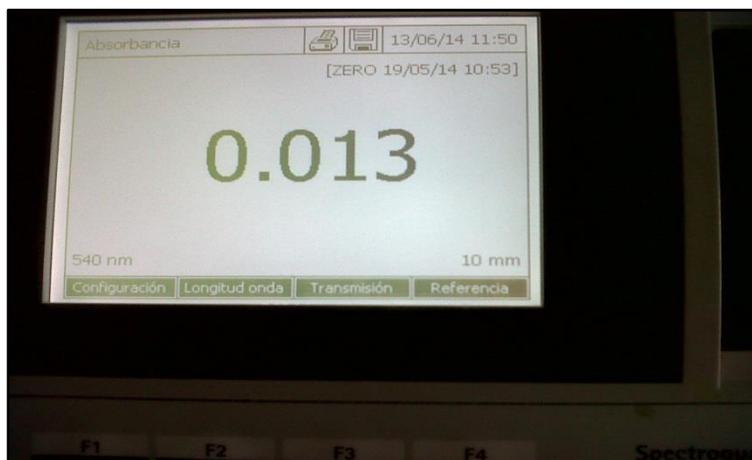
Fuente: Laboratorio de Físicoquímica de la Facultad de Ingeniería, Usac.

Apéndice 14 **Determinación de dióxido de azufre**



Fuente: Laboratorio de Físicoquímica de la Facultad de Ingeniería, Usac.

Apéndice 15. **Lectura de absorbancia del método de pararosanilina**



Fuente: Laboratorio de Físicoquímica de la Facultad de Ingeniería, Usac.

Apéndice 16. **Pesaje de filtros**



Fuente: Laboratorio de Físicoquímica de la Facultad de Ingeniería, Usac.