

COMPARACIÓN ESTADÍSTICA ENTRE LAS CURVAS DE CALIBRACIÓN DE EXTRACTOS DE COMPOSTA PARA EL DESARROLLO E IMPLEMENTACIÓN DE UN MÉTODO ANALÍTICO EN LA DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO TOTAL DE MANGANESO (Mn)

¹Denise Reyes-García, ¹Diana García-Aguirre, ¹Susana Saval-Bohórquez, ²Tonantzin Ramírez-Pérez

¹Laboratorio de Ingeniería Ambiental, Instituto de Ingeniería, UNAM

²Unidad de Metrología, Facultad de Química, UNAM

Circuito Escolar s/n, Ciudad Universitaria, Alcaldía Coyoacán, Ciudad de México, C.P. 04510 +52 5556233600 Ext 8715, DReyesG@iingen.unam.mx, DGarciaA@iingen.unam.mx, SSavalB@iingen.unam.mx, tramirezp@quimica.unam.mx

1. INTRODUCCIÓN

El trabajo experimental para el desarrollo e implementación de los métodos de cuantificación se realizó en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental (LIA) por la técnica de espectrometría de absorción atómica (EAA) en flama para la determinación de Manganeso en extractos de composta resultado de realizar la especiación de metales. El trabajo fue desarrollado bajo la certificación ISO 9001:2015 del LIA, quien tiene como servicios sustanciales los procesos de determinaciones analíticas y diseño y desarrollo de métodos.

Si bien lo más recomendable para realizar cada determinación es preparar una curva de calibración por cada tipo de matriz, en ocasiones la carga de trabajo es tan alta que es imposible validar los métodos para cada matriz, especialmente en un laboratorio de servicio a la investigación en donde el cambio de matriz es frecuente. Una opción a la que se ha recurrido es analizar, por ejemplo, las matrices acuosas con curvas de HNO₃ 2% que es equivalente a la acidez recomendada para la preservación de las muestras para su transporte, aludiendo a la comparación estadística de los extractos evaluada previamente.

DISEÑO EXPERIMENTAL

Se realizó la determinación de Mn en extractos de composta con la técnica de espectroscopia de absorción atómica en Flama.

Controles: Blanco de reactivos (BR), blanco de muestra (BM, extracto de composta libre de polietileno), Estándar de Verificación continua (EVC, BM adicionado con el elemento Mn), una muestra duplicada (Muestra analizada en dos ocasiones al inicio y al final de la corrida) y curva de calibración (6 niveles por triplicado).

Las soluciones fueron preparadas por gravimetría a partir de un material de referencia certificado (High Purity Standards, HNO₃ 2% p/p) de 1000 µg/mL-1 ± 5 µg/mL-1 de Mn, en un intervalo de trabajo que se estableció entre 0.3 mg/L y 4 mg/L.

Los ensayos se repitieron en tres días diferentes por cada extracto sin recibir tratamiento de muestra adicional y realizando una curva de calibración diferente cada día.

El análisis estadístico de las curvas de calibración se realizó al comparar las curvas de calibración estándar (HNO₃ 2%) con las curvas preparadas con la adición de estándares al extracto de composta correspondiente.

RESULTADOS

Extracto	Extrac to	LD (mgL ⁻¹)	LC (mgL ⁻¹)	Varianza	H de F para la evaluación de las pendientes	H de F para la evaluación de las ordenadas
MgCl ₂	E1	0.007	0.022	Homocedástica	Ho	Ho
NaAC	E2	0.015	0.044	Homocedástica	Ho	Ho
NH ₂ OH.HCl	E3	0.176	0.532	Heterocedástica	Ho	Ha
H ₂ O ₂ +HNO ₃ +N H ₄ Ac	E4	0.031	0.095	Homocedástica	Ha	Ho
HNO ₃ :HCl:H ₂ O	E5	0.017	0.050	Heterocedástica	Ho	Ha

Ho: S²(HNO₃ 2%) = S²(extracto) Ha: S²(HNO₃ 2%) ≠ S²(extracto) Curva de referencia HNO₃, 2%

CONCLUSIONES

Extractos 3 y 5 (NH₂OH.HCl y HNO₃:HCl:H₂O) tienen ordenadas y pendientes estadísticamente iguales a la de la curva de HNO₃ 2%, por lo que sí es recomendable que se analicen con la curva de rutina para disminuir tiempos de análisis.

Adicionalmente, la varianza de la curva del E4 resulta en un aumento en la incertidumbre al valor final que se reporta y la curva del E2 tiene una ordenada

AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Daniel de los Cobos Vasconcelos, el Ing. Roberto Sotero Briones Méndez y la Q.F.B. Emilia Soledad Lucario.

El trabajo experimental fue realizado en el Laboratorio de Ingeniería Ambiental del Instituto de Ingeniería de la UNAM, que cuenta con certificado de conformidad otorgado por el organismo acreditado Certificación Mexicana, S.C., por haber implementado y mantener un Sistema de Gestión de la Calidad de conformidad con los requisitos de la norma internacional ISO 9001:2015. No. De Certificado CMX C SGC 209 2020, válido en el periodo del 12 de noviembre de 2020 al 11 de noviembre de 2023.

En este tiempo en el que, como humanidad hemos estado a prueba, reconocemos el trabajo colaborativo de cada una de las personas que con su saber y disposición nos han permitido seguir adelante.

REFERENCIAS

Roé, A. (2015). Degradación de películas de polietileno oxo-biodegradables sometidas a Termo-oxidación y composteo. [Tesis para optar por el grado de Doctor en Ingeniería, Universidad Nacional Autónoma de México].

NMX-AA-115-SCFI-2015 Análisis de agua- criterios generales para el control de la calidad de resultados analíticos.

Spiegel, M. R. (2020). Schaum's Estadística. [VitalSource Bookshelf]. Retrieved from. <https://bookshelf.vitalsource.com/#/books/9781456281878>

González, M. M. T., & Pérez, D. V. A. (2009). Estadística aplicada una visión instrumental. ProQuest Ebook Central <https://ebookcentral.proquest.com>

Software Uncertainty Machine NIST, Versión 1.6.0 <https://uncertainty.nist.gov/>

Trazabilidad metrológica para los resultados de medición por absorción atómica.

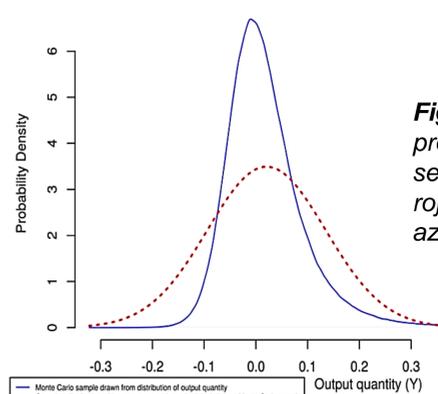
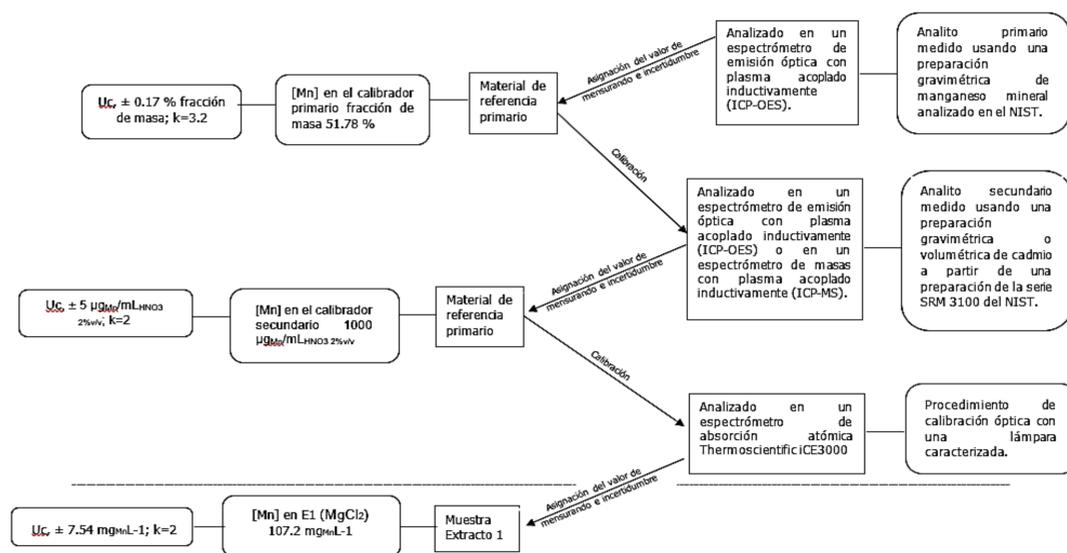


Figura 1. Distribución de salida por propagación de incertidumbre por series de Taylor (línea punteada roja) vs Monte Carlo (línea continua azul), para la ordenada

que demuestra un contenido de interferencia química basal que debe ser considerada al momento de obtener los resultados finales de concentración.

Con el análisis de Monte Carlo se evidencia que en fenómenos como el que hemos descrito, la distribución de salida es diferente a una normal y que hay una limitante si se estima la incertidumbre solo con series de Taylor y, por tanto, la necesidad de hacer estimaciones de incertidumbre complementarias, por ejemplo, con Monte Carlo.