



UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
ESCUELA DE INGENIERÍA QUÍMICA

**EVALUACIÓN DE UNA TÉCNICA COLORIMÉTRICA  
PARA LA DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS  
TOTALES EN MUESTRAS DE AGUA**

**PABLO MIGUEL GRIJALVA PAZ**

**ASESORADO POR ING. ÓSCAR HUMBERTO LARA ESCOBAR**

**GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2003**

**UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA**



**FACULTAD DE INGENIERÍA**

**EVALUACIÓN DE UNA TÉCNICA COLORIMÉTRICA PARA LA  
DETERMINACIÓN DE HIDROCARBUROS TOTALES EN  
MUESTRAS DE AGUA**

PRESENTADO A JUNTA DIRECTIVA DE LA  
FACULTAD DE INGENIERÍA  
POR

**PABLO MIGUEL GRIJALVA PAZ**

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE  
**INGENIERO QUÍMICO**

**GUATEMALA, SEPTIEMBRE DE 2003**

# UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA

## FACULTAD DE INGENIERÍA



### NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO:	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
VOCAL I:	Ing. Murphy Olympo Paiz Recinos
VOCAL II:	Lic. Amahán Sánchez Alvarez
VOCAL III:	Ing. Julio David Galicia Celada
VOCAL IV:	Bachiller Kenneth Issur Estrada Ruiz
VOCAL V:	Bachiller Elisa Yazminda Vides Leiva
SECRETARIO:	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

### TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

DECANO:	Ing. Sydney Alexander Samuels Milson
EXAMINADOR:	Ing. Carlos Salvador Wong Davi
EXAMINADOR:	Ing. Víctor Manuel Monzón Valdés
EXAMINADOR:	Ing. José Manuel Tai Odoxón
SECRETARIO:	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco

## **DEDICATORIA**

- A DIOS** Por bendecirme, cuidarme y complacerme a pesar de todos mis errores. Por la madre, esposa e hijo, hermanos, familia y amigos con los que me ha rodeado toda mi vida.
- A MI MADRE** Por sacrificio tras sacrificio. Porque, no me dio todo lo que hubiese querido, pero si me dio todo lo que pudo. Gracias madre.
- A JESSICA** Mi amada esposa, compañera y pareja. Por aceptarme tal y como soy, por convertirme en un mejor hombre y en una mejor persona. Contigo alcanzaré todos mis sueños.
- A MIS HERMANOS** Ángel José, María del Pilar y Carlos Daniel. Por ese cariño incondicional que solamente un hermano puede dar.
- A MI HIJO** Pablo Xavier, por ser mi orgullo y mi fuente de inspiración. Por ti, mi vida tiene sentido. Gracias canche lindo.
- A MI TÍA YOLY** Por todo su apoyo y cariño a pesar de las distancias.
- A MIS AMIGOS** A todos, porque gracias a Dios son muchos. Por haber hecho de mis años en la Universidad los más alegres de mi vida, en especial a Alfredo Ruíz y Edgar Mendía quien ya no esta con nosotros.
- A LOS GARAÑONES** Peña, Pedro, Pancho, Antonio, Victor, Byron, Pascual, Quique, Steve y todos los demás. Muy en especial a Vinicio Catalán, quien tampoco está entre nosotros.
- A LA GLORIOSA USAC** Alma Mater, y la mejor Universidad de Guatemala y Centroamérica. Es un orgullo y un honor ser sancarlista.

## **AGRADECIMIENTOS**

**AL ING. OSCAR LARA**      Por su valiosa asesoría en el desarrollo de este trabajo de graduación.

**AL PERSONAL DEL  
LABORATORIO DEL  
MINISTERIO DE ENERGIA  
Y MINAS**                      Por su asistencia y colaboración.

# ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE DE ILUSTRACIONES</b>	III
<b>LISTADO DE SÍMBOLOS</b>	V
<b>GLOSARIO</b>	VII
<b>RESUMEN</b>	XI
<b>OBJETIVOS E HIPÓTESIS</b>	XIII
<b>INTRODUCCIÓN</b>	XV
<b>1 MARCO TEÓRICO</b>	<b>1</b>
1.1 Dispersión de los hidrocarburos en un medio acuático	4
1.1.1. Evaporación	4
1.1.2. Emulsionamiento	5
1.1.3. Disolución de fracciones ligeras	5
1.1.4. Sedimentación	6
1.2 Análisis cuantitativo por mediciones de absorción	8
<b>2 METODOLOGÍA</b>	<b>13</b>
2.1 Recursos	13
2.1.1. Humanos	13
2.1.2. Físicos	13
2.1.3. Reactivos	13
2.2 Equipo	14
2.2.1. Espectrofotómetro DR/2010	14
2.3 Procedimiento experimental	14
2.3.1. Muestras	14
2.3.2. Determinación de Hidrocarburos	16

<b>3 RESULTADOS</b>	21
3.1 Discusión de Resultados	22
<b>4 CONCLUSIONES</b>	35
<b>5 RECOMENDACIONES</b>	37
<b>6 REFERENCIAS</b>	39
<b>7 BIBLIOGRAFÍA</b>	41
<b>8 APÉNDICES</b>	43

## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

### FIGURAS

1 . Curva de calibración A1	67
2 . Curva de calibración A2	68
3 . Curva de calibración A3	69
4 . Porcentaje de eficiencia contra concentración experimental total de Hidrocarburos	70
5 . Correlación fracción de error contra concentración experimental	71

### TABLAS

I. Datos originales. Preparación de muestras de Hidrocarburos en agua de 15 ppm a 45 ppm.	53
II. Datos originales. Preparación de muestras de Hidrocarburos en agua de 10 ppm a 50 ppm.	53
III. Preparación de muestras de Calibración de 9 ppm a 400 ppm.	53
IV. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 2.9 ppm.	54
V. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 5.8 ppm.	54
VI. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 8.7 ppm.	54
VII. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 15.32 ppm.	55
VIII. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 22.98 ppm.	55
IX. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 30.65 ppm	55
X. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloro-	

etano 38.31 ppm.	56
XI. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloro- etano 45.93 ppm.	56
XII Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 2.9 ppm.	57
XIII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 5.8 ppm.	57
XIV. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 8.7 ppm.	57
XV. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 15.32 ppm.	58
XVI Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 22.98 ppm.	58
XVII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 30.95 ppm.	58
XVIII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 38.31 ppm.	59
XIX. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción a 45.93 ppm.	59
XX. Datos calculados. Concentración experimental total y eficiencia por ensayo de extracción	60
XXI. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 Lectura 1.	61
XXII. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 Lectura 2.	61
XXIII. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 Lectura 3.	61
XXIV. Cálculos de confiabilidad. Determinación de la precisión total del método, según el ANOVA	62
XXV. Cálculos de confiabilidad. Concentración 2.9 ppm.	63
XXVI. Cálculos de confiabilidad. Concentración 5.8 ppm.	63
XXVII. Cálculos de confiabilidad. Concentración 8.7 ppm.	63
XXVIII. Cálculos de confiabilidad. Concentración 15.32 ppm.	63
XXIX. Cálculos de confiabilidad. Concentración 22.98 ppm.	63
XXX. Cálculos de confiabilidad. Concentración 30.65 ppm.	64
XXXI. Cálculos de confiabilidad. Concentración 38.31 ppm.	64
XXXII. Cálculos de confiabilidad. Concentración 45.93 ppm.	64
XXXIII. Cálculos de confiabilidad. Determinación de la precisión total del método.	65
XXXIV. Cálculos de confiabilidad. Análisis de Varianza	66

## LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
$\lambda$	Longitud de onda
mg	Miligramos
L	Litro
mg/L	Miligramos por litro
$C_2Cl_3H_3$	Fórmula química del tricloroetano
ppm	Partes por millón
$\mu\text{g/g}$	Microgramos sobre gramo
ml	Mililitro
ml/kg	Mililitros por kilogramo
kg	Kilogramo
P	Potencia radiante
T	Transmitancia
A	Absorbancia o densidad óptica
e	Coefficiente de absorción
b	Espesor de la muestra
nm	Nanómetro
C	Concentración de del extracto en unidades de ppm o mg/L
$\eta\%$	Porcentaje de eficiencia en la extracción de hidrocarburos
Ct	Concentración teórica o ideal que se espera obtener de la extracción
Ce	Concentración experimental obtenida después de realizar la extracción con TCE
%	Porcentaje

## GLOSARIO

- Absorbancia** Término que se utiliza en espectrometría y que se expresa  $\text{Log } I_0 / I$ , cuando  $I_0$  representa la intensidad del rayo de luz que incide sobre la muestra, e  $I$  la intensidad del rayo que emerge de la misma.
- Alquenos** Nombre que caracteriza a los compuestos que contienen el enlace carbono - carbono  $\text{C}=\text{C}$ . También se conocen como olefinas o etilenos.
- Alquinos** Denominación sistemática de los hidrocarburos alifáticos insaturados caracterizados por contener un triple enlace carbono - carbono.
- Cicloalcanos** Son hidrocarburos alifáticos saturados cuyas estructuras moleculares están formadas por uno o más anillos. Los monocíclicos, son isómeros de los alquenos ya que responden a una misma fórmula general. También forman parte de los compuestos alicíclicos.
- Colorimetría** Término que debería sustituirse por **absorbanciometría de la luz**, el cual se ajusta más al verdadero propósito de la actividad. Este es un método analítico utilizado para la determinación de la concentración de una sustancia disuelta mediante la medida de intensidad del color de disolución.

<b>Concentración</b>	Expresión de la cantidad de soluto disuelto en una cantidad determinada de un solvente.
<b>Cracking</b>	Conversión mediante pirólisis, de las fracciones del destilado de petróleos de pesos moleculares mayores, en hidrocarburos C <sub>5</sub> C <sub>10</sub> característicos de la gasolina.
<b>Disolución</b>	Sistema disperso formado por interposición de partículas de una sustancia (fase dispersa o soluto) entre los de la (fase dispersante o solvente).
<b>Emulsión</b>	Dispersión coloidal en la que la fase dispersa es líquida y el medio de dispersión es líquido o sólido. Las emulsiones tienen aspecto blancuzco por reflejar la luz de las pequeñas gotas de la sustancia dispersa. Por ejemplo, la mayonesa y la mantequilla, entre otros.
<b>Espectrómetro</b>	También llamado espectrofotómetro, da una medida directa de la intensidad de la radiación en función de la longitud de onda ( $\lambda$ ) o también de la frecuencia.
<b>Espectrometría Infrarroja</b>	Absorción cuántica de la radiación infrarroja que da lugar a una excitación en la vibración de las moléculas.

**Espectroscopia** Extensa rama de las ciencias fisicoquímicas que se ocupa del estudio de los espectros, desde las diversas técnicas empleadas para obtenerlos a su medida y aplicaciones químicas, pasando por su interpretación teórica en relación con la estructura atómico - molecular de la materia.

**Evaporación** El paso de líquido a vapor, que se produce en la superficie de un líquido a cualquier temperatura. Esto se debe a la existencia de moléculas que alcanzan la superficie del líquido con suficiente energía para escapar de él. La velocidad de la evaporación depende de la naturaleza del líquido, de su superficie y de la temperatura. El viento ayuda a la evaporación retirando las moléculas que ya han escapado del líquido evitando que puedan volver a él.

**Extracción** Método de recuperación, basado en la ley de reparto de de sustancias disueltas en agua o en otro solvente por adición de un solvente inmiscible en el cual las sustancias son más solubles que en el agua. La extracción se lleva a cabo en un embudo de decantación o separación.

**Hidrocarburos** Compuestos cuyas moléculas están constituidas únicamente por átomos de Carbono e Hidrógeno.

**Naftenos** Cicloparafinas de cinco y seis átomos de carbono que se encuentran en la fracción de nafta del petróleo.

<b>PPM</b>	Partes por millón. Se utiliza cuando la concentración de una solución se expresa en miligramos de soluto por un litro de solvente.
<b>Sedimentos</b>	Partículas sólidas que son separadas de un medio dispersante por acción de la gravedad.
<b>Volátil</b>	Se dice de una sustancia sólida o líquida con tendencia a pasar al estado de vapor a la temperatura ordinaria.
<b>TCE</b>	Abreviatura para Tricloroetano.

## RESUMEN

La detección de Hidrocarburos totales en agua es un tema poco conocido en nuestro medio, lo que constituye una de las razones para su selección como tema de estudio. El desarrollo del mismo, incluye la evaluación de un método Colorimétrico para la detección de Hidrocarburos totales en muestras de agua. Esto con el propósito de encontrar una opción al método ASTM 3921 **Oil and grease and petroleum hydrocarbons in water**, el cual actualmente utiliza el Ministerio de Energía y Minas para determinar hidrocarburos.

El desarrollo del método consistió en el análisis de una muestra, utilizando como solvente el 1,1,1-Tricloroetano ( $C_2Cl_3H_3$ ) o TCE, que mediante un procedimiento de extracción líquido-líquido separa los Hidrocarburos presentes en la muestra para luego analizar el extracto colorimétricamente en un espectrofotómetro DR/2010, obteniéndose así la absorbancia de éste extracto. Este dato, permite calcular la concentración Hidrocarburos totales presente en la muestra. Con esto se logró determinar que la eficiencia del TCE, fue superior al 90% que originalmente se planteó como hipótesis. Lo anterior, permite concluir que la técnica utilizada es lo suficientemente eficiente como para recomendar su uso como una opción para el método **ASTM 3921**.

En términos generales, se estableció un procedimiento de calibración de equipo para la técnica colorimétrica utilizando el solvente TCE y una muestra de crudo nacional, lo que sirvió para obtener una curva de calibración que permite el cálculo de concentraciones de hidrocarburos tan pequeñas como 2.9 ppm.

Todo esto tomando como base la relación lineal que existe entre la concentración y la absorbancia de una muestra (**Ley de Beer**) y que eventualmente llevó a obtener el resultado de eficiencia ya mencionado.

## OBJETIVOS

### ◆ Generales

Evaluación de un método de extracción colorimétrico para la determinación de concentración de Hidrocarburos totales presentes en muestras de agua como alternativa al método **ASTM 3921 Aceite, grasa e hidrocarburos del petróleo en agua**.

### ◆ Específicos

1. Determinar la eficiencia del método extracción colorimétrico respecto a un parámetro de rendimiento mínimo con el que se debe cumplir para que el método sea considerado eficaz
2. Calibración de un espectrofotómetro DR/2010 para la evaluación de campo de muestras de agua sospechosa de contener Hidrocarburos.
3. Establecer el nivel de confiabilidad de los datos obtenidos al analizar muestras con la técnica colorimétrica.

## HIPÓTESIS DEL ESTUDIO

La utilización del solvente 1,1,1-Tricloroetano en el método Colorimétrico, permite un 90% de eficiencia en la extracción de Hidrocarburos totales presentes en muestras de agua, utilizando para la lectura un Espectrofotómetro DR/2010.

## INTRODUCCIÓN

Entre las muchas sustancias que son clasificadas y controladas como contaminantes en nuestro medio, los Hidrocarburos totales parecen pasar desapercibidos; a pesar de que existe un reglamento que establece un límite máximo permisible de los mismos al estar presentes en cuerpos acuíferos. Este límite fue fijado por el Ministerio de Medio Ambiente en 20 mg de Hidrocarburos totales por cada litro de agua (20 ppm) y es uno de los más altos de latinoamerica principalmente por la dificultad que conlleva su determinación.

Esto motiva a buscar opciones que se ajusten al medio nacional, que faciliten la evaluación de campo en donde no es posible simularlas condiciones controladas de un laboratorio como sucede analizar el ASTM 3921 que ya se ha discutido ampliamente. Tales opciones como la técnica Colorimétrica en este caso, deben fundamentarse en sobre una base técnica sólida que soporte su funcionalidad.

El estudio dio como resultado la consecución de dos objetivos, siendo el primero demostrar que la utilización de la técnica con solvente TCE, permite la obtención de eficiencias superiores al 90% en la extracción de Hidrocarburos. El segundo, fue el demostrar que la técnica mantiene esta eficiencia aún en los niveles de concentración más bajos sobre todo por debajo de las 20 ppm.

# 1. MARCO TEÓRICO

Actualmente, una de las principales, sino es que la principal fuente de energía para la población mundial y en especial para el sector industrial; la constituyen el petróleo y sus derivados.

El petróleo está constituido por compuestos formados por Carbono e Hidrógeno llamados Hidrocarburos. Tales compuestos existen tanto en estado sólido líquido o gaseoso y su variedad en la naturaleza es muy amplia tanto, que toda materia de origen orgánico posee compuestos Hidrocarburos como parte fundamental de su estructura.

Lo anterior hace que los Hidrocarburos sean las sustancias más abundantes en la naturaleza y si a esto se agrega el hecho de que en el laboratorio se pueden sintetizar más de un millón de tipos de Hidrocarburos, su variedad es prácticamente ilimitada. Esta variedad comprende desde compuestos de bajo peso molecular como el metano hasta compuestos que sobrepasan los 15000 g/mol. También es posible identificar éstos compuestos por su estructura, pudiendo ser de cadena recta o ramificada, olefinas, aromáticos y acíclicos entre otros.

El petróleo(crudo) tiene su origen en procesos geoquímicos los cuales también dan lugar a la formación de muchos Hidrocarburos individuales, en los que se incluyen isómeros y muchas series homólogas.

Todos los Hidrocarburos están expuestos a sufrir cambios en su estructura debidos a factores ambientales como la evaporación, disolución y ataque bacteriano entre otros.

Estos cambios se experimentan en distintas proporciones, según el tipo de Hidrocarburos. La exposición del ambiente a los Hidrocarburos durante un intervalo de tiempo prolongado, trae consecuencias nocivas para el mismo y para la vida a su alrededor que depende de éste. A ésta contaminación, están expuestos todos los elementos que componen un determinado sistema ambiental como lo son el suelo, el aire y el agua.

Específicamente para el agua, los Hidrocarburos contaminantes pueden existir en los cuerpos de agua en varias formas como lo son: emulsiones dispersas, disueltos, absorbidos en sedimentos o incluso en organismos vivientes. Todo esto sujeto, a la concentración de Hidrocarburos presente en ese particular cuerpo acuífero. Los niveles que tal tipo de contaminación puede alcanzar se ven relacionados con el interés que las instituciones responsables por tal contaminación, tengan por controlar y limitar la cantidad de Hidrocarburos que alcanzan los cuerpos de agua. Todo lo anterior ha llevado a la búsqueda y mejoramiento de las técnicas analíticas para la medición de niveles de Hidrocarburos, disponiéndose hoy en día de técnicas más sensibles y sofisticadas, a las cuales se hará referencia posteriormente. **(1)**

En general, la contaminación a causa de petróleo es una consecuencia inevitable de la dependencia de una población que se desarrolla en medio de una tecnología basada en éste, y que cada vez es más dependiente del mismo. Esto genera pérdidas cuantiosas para el ambiente, en especial debido a

actividades como la producción, transporte y uso como lubricante y materia prima del petróleo. Mismo que tanto en su forma natural(crudo), como en productos refinados y también de desecho; llega al medio ambiente por varias rutas.

Ejemplos de éstas son, los gases de escape de los automóviles, los cuales contaminan el aire o, directamente al agua al pasar por una central de tratamiento. También de las refinerías y las operaciones de los buques petroleros y por accidentes en los que éstos se ven involucrados. El tratamiento de éste petróleo como contaminante, dependerá de la forma que éste tome. Si se convierte en una película flotante se le puede retirar mediante dispositivos dispersantes.

Generalmente, un petróleo contiene especies de rangos moleculares muy amplios, especies que van desde 1 carbono hasta especies que tienen 40 o más por lo que se han desarrollado estudios en especies acuáticas para determinar la toxicidad que tal contaminante posee.

Debido a su alta volatilidad, los Hidrocarburos, dependiendo de su peso molecular, no permanecen mucho tiempo en el agua; una vez que la han contaminado. Se ha encontrado por ejemplo, que Hidrocarburos de 5 y 6 carbonos desaparecen en alrededor de una hora, mientras que después de 5 horas desaparecen especies de hasta 8 carbonos y de hecho, en un término de 24 horas, casi el 40% de la totalidad del crudo ha desaparecido.

Sin embargo, existe la posibilidad de que durante éste tiempo las partes más livianas se hallan disuelto en el agua y puedan haber entrado en contacto con las especies silvestres que habitan la región. Las especies de mayor peso molecular en cambio, pueden sedimentarse en el fondo del cuerpo de agua. **(1)**

## **1.1 Dispersión de los hidrocarburos en un medio acuático**

Después de que una cantidad determinada de Hidrocarburos es descargada en un cuerpo de agua, ésta se dispersa por acción del oleaje, corrientes (sí se trata de un río), y vientos. Los hidrocarburos toman la forma de una capa delgada sobre la superficie del agua, y sobre la misma actúan factores físicos como:

### **1.1.1 Evaporación**

Este medio origina la pérdida o desaparición de las moléculas de Hidrocarburos de bajo peso molecular (con menos de 12 átomos de carbono) de la superficie del cuerpo de agua, desaparición que ocurre rápidamente. Estos Hidrocarburos de bajo peso molecular forman casi el 50% de un crudo típico, los cuales probablemente alcanzarán la atmósfera en un tiempo bastante corto. Esto se ve acelerado si el cuerpo de agua es bastante agitado, es decir; que tiene mucho oleaje o una corriente muy fuerte.

### **1.1.2 Emulsionamiento**

El petróleo puede formar emulsiones con el agua, lo cual se ve facilitado cuando el agua cuenta con la presencia de sustancias tensoactivas como lo son detergentes, entre otros. Esto hace que las aguas servidas de comunidades, pueblos y ciudades, sean el blanco perfecto para que el petróleo contamine el agua de ésta forma.

La capacidad de absorción de agua depende del tipo de petróleo, ya que se sabe que algunos pueden absorber hasta el 50% del agua con la que entran en contacto en 2 ó 4 horas. Esta emulsión de agua y petróleo es la que origina el alquitrán en las playas y de los conglomerados de alquitrán que se forman después de la disolución de sus componentes.

### **1.1.3 Disolución de fracciones ligeras**

Los Hidrocarburos de más bajo peso molecular, son más solubles en agua que los de mayor peso, así como también; un aumento en la polaridad del Hidrocarburo aumenta su solubilidad. De este modo, los Hidrocarburos saturados lineales son menos solubles que los Hidrocarburos aromáticos.

#### 1.1.4 Sedimentación

Esta ocurre cuando los componentes del petróleo se agregan en conglomerados, emulsiones o residuos alquitranosos de densidad superior a la del agua. EL envejecimiento del petróleo por evaporación y disolución de los compuestos de bajo peso molecular, así como la fijación de materia mineral en la superficie, aumenta su densidad. Los productos iniciales de la evaporación y la disolución, combinados con otros procesos como la oxidación y la degradación; constituyen los conglomerados de alquitrán o glóbulos semisólidos que flotan en la superficie.

Una vez que los Hidrocarburos han logrado llegar a los cuerpos acuíferos, éstos pueden tener efectos fatales para todo el ecosistema. En concentraciones bajas ( $0.1 \mu\text{g/g}$ ) retardan la división celular y el crecimiento del plancton, el cual constituye la base de la cadena alimenticia marina. En concentraciones superiores a  $1 \mu\text{g/g}$  produce la muerte a una gran cantidad de especies fitoplanctónicas como las larvas y los huevezuelos de peces.

Es por ésta razón, que cuando ocurren los derrames de petróleo en el océano ya sea por accidentes o por negligencia, por parte de alguna refinería; el mismo tiene consecuencias graves en el equilibrio ecológico de la región. Lo más alarmante es que le toma mucho tiempo a la naturaleza recuperarse de sucesos como éste. El petróleo también parece tener efectos de tipo mecánico en los peces, ya que al entrar en contacto con los mismos, éste se deposita sobre las branquias e impide el intercambio de gases que hace permite a un pez respirar el aire disuelto en el agua; y los peces mueren por asfixia.

En concentraciones bajas los alcanos producen anestesia y narcosis en los organismos acuáticos, mientras que en altas concentraciones causan daño celular y la muerte. Los naftenos y las cicloparafinas, interfieren y pueden bloquear por completo los procesos biológicos de organismos marinos como búsqueda de alimento, selección del hábitat e incluso atracción sexual. Por supuesto, los Hidrocarburos también producen efectos dramáticos en el ser humano.

Los componentes del petróleo con efecto más nocivo son los aromáticos puesto que algunos actúan como agentes carcinógenos y tóxicos agudos. Se ha encontrado que la toxicidad de los Hidrocarburos en los seres humanos es inversamente proporcional a la viscosidad de los mismos. Por ejemplo, la inhalación a temperatura ambiente de productos de alta viscosidad como grasas y aceites(150-250 cp), no presenta mayor riesgo, pero los productos de menos de 30 cp de viscosidad, pueden afectar los pulmones causando neumonías.

En los casos más serios, la ingestión de productos de la destilación del petróleo en cantidades de 1ml/kg de peso corporal, produce vómitos, irritación de las membranas mucosas, depresión del sistema nervioso central, cianosis, taquicardia, hematuria, daños hepáticos y arritmia cardíaca. Ingestiones de más de 10 ml/kg de peso corporal producen la muerte. **(Ref. 1)**

## 1.2 Análisis Cuantitativo por mediciones de absorción

La espectroscopia de absorción, es uno de los instrumentos más útiles de los que dispone el químico para el análisis cuantitativo de cualquier tipo de muestra. Las características más importantes de los métodos espectrofotométricos y fotométricos son:

1. **Gran aplicación.** Una gran variedad de especies inorgánicas y orgánicas absorben la luz en las longitudes de onda ultravioleta y visible, y por ello son susceptibles a cuantificación. Además, muchas especies no absorbentes pueden analizarse después de ser convertidas en especies absorbentes mediante el tratamiento químico apropiado.
2. **Alta sensibilidad.** El análisis a concentraciones muy bajas es posible a través de análisis de éste tipo dependiendo de las condiciones que se establezcan para cada proceso en particular.
3. **Selectividad moderada a alta.** En casi todos los casos, es posible encontrar una longitud de onda en la que, la única sustancia absorbente sea la sustancia que determina.
4. **Buena precisión.** Para el procedimiento espectrofotométrico o fotométrico típico, el error relativo en las mediciones de concentración se encuentra entre los límites del 1 al 3 %. Y una vez más dependiendo de las distintas condiciones que se establezcan, tal error puede ser aún más pequeño.
5. **Facilidad y comodidad.** Este tipo de mediciones se realizan con facilidad y rapidez, pues se utilizan instrumentos modernos de fácil uso y transporte. **(2)**

Específicamente para Hidrocarburos, éste tipo de mediciones puede identificar no sólo la presencia de los mismos sino además; si éstos poseen grupos funcionales, o si son de tipo aromáticos. El uso del espectrofotómetro es la forma más común para medir la absorbancia de luz visible de una muestra, y el principio bajo el cual el mismo trabaja es muy sencillo. La luz de una fuente continua pasa a través de un monocromador, el cual selecciona una banda estrecha de longitudes de onda de luz incidente.

Esta luz llamada **monocromática** atraviesa una muestra de espesor conocido al que se llama  $b$ , para luego medir la potencia radiante de la luz que sale. La fuente de luz en un espectrofotómetro por lo general es una lámpara común de tungsteno, la cual emite un espectro visible completo que se extiende incluso a la región ultravioleta e infrarroja. Mediante un tipo de filtro, el cual está conectado al selector de longitud de onda, la luz puede ser dispersada en distintas de éstas longitudes y sólo una banda estrecha de éstas puede pasar a través de la muestra. El detector es un fototubo que crea una corriente eléctrica proporcional a la potencia radiante de la luz que incide en el tubo. La señal de salida se transmite a un medidor que permite efectuar lecturas de transmitancia y absorbancia. Para entender mejor esto, es conveniente explicar cómo es que ocurre el fenómeno de la absorción de luz.

La luz puede ser descrita en términos tanto de ondas como de partículas. Las ondas de luz están constituidas por campos eléctricos y magnéticos oscilantes perpendiculares entre sí. Desde el punto de vista energético en cambio, es conveniente considerar a la luz, como constituida por partículas llamadas fotones, los cuales poseen una masa y una energía determinada.

Cuando una molécula absorbe un fotón, la energía de la molécula se incrementa. Se dice entonces que la molécula pasa a un estado excitado. Si en cambio una molécula emite un fotón, la energía de ésta disminuye y también aquí, la molécula llega a un estado excitado. Entonces, cuando una muestra absorbe luz, la potencia radiante del haz de luz que la atraviesa disminuye. Esta potencia radiante  $P$ , se evalúa como energía por segundo por unidad de área del haz de luz. La luz pasa por el monocromador (un prisma, rejilla de difracción o filtro) para aislar una sola longitud de onda, la cual tiene una potencia radiante  $P_0$  e incide sobre una muestra de espesor  $b$ . La potencia radiante del haz emergente es  $P$  y la muestra puede absorber una fracción de la luz, de forma que  $P < P_0$ . La transmitancia  $T$  entonces, se define como la fracción de la luz incidente que sale de la muestra de la forma:

$$T = P/P_0$$

Por lo que  $T$  varía de 1 a 0. Una magnitud física aún más importante y útil, es la absorbancia  $A$ , y que se define como:

$$A = \log_{10}(P_0/P) = -\log_{10}(T)$$

Cuando la muestra en cuestión no absorbe luz,  $P = P_0$  y por lo tanto  $A = 0$ . Cuando la muestra absorbe el 90% de la luz, 10% de ésta se transmite y entonces  $P = P_0/10$  por lo tanto,  $A = 1$ . A éste valor de absorbancia también se le conoce como **densidad óptica**.

Lo más importante acerca de la absorbancia, es que ésta mantiene una relación directamente proporcional con la concentración de la especie absorbente presente en la muestra que está siendo analizada, por lo que:

$$A = ebc$$

**Donde:**

b = espesor de la muestra

c = Concentración de la muestra

e = Coeficiente de absorción

Esta relación descrita por la ecuación anterior, se conoce como la **Ley de Beer**. Es ésta misma ley la que permite analizar los datos que se obtendrán posteriormente durante el desarrollo de éste estudio; por el método de regresión lineal. Es así como se puede relacionar la absorbancia de una muestra con la concentración del elemento o compuesto contenido en la misma.

La relación proporcional entre la absorbancia y la concentración, que la Ley de Beer propone, se verifica de forma total para soluciones diluidas (<0.01 M. Sin embargo, para concentraciones superiores a éste valor, la Ley de Beer presenta fallas las cuales pueden atribuirse a cambios en las especies absorbentes o también en las propiedades de la solución.

Cuando una solución se vuelve más concentrada, las moléculas del soluto interactúan más entre sí debido a su proximidad. Cuando tales interacciones entre moléculas ocurren, es posible que las propiedades eléctricas de éstas cambien, incluyendo por su puesto a la absorción de luz. El comportamiento entre absorbancia y concentración entonces, deja de ser lineal. **(1)**

## **2. METODOLOGÍA**

### **2.1 Recursos**

#### **2.1.1 Humanos**

- Asesor de trabajo de graduación
- Estudiante realizador del trabajo de graduación
- Personal de laboratorio (Ministerio de Energía y Minas).

#### **2.1.2 Físicos**

- Hojas tamaño carta (papel bond)
- Computadora ADC 56X
- Impresora Canon BJC-1000
- Cristalería y equipo de laboratorio

#### **2.1.3 Reactivos**

- Solvente 1,1,1-Tricloroetano (1 litro)

## **2.1 Equipo**

### **2.1.1 Espectrofotómetro DR/2010**

Instrumento con un haz de luz simple y un microprocesador controlado para ensayos tanto en el laboratorio como en el campo. Este instrumento está calibrado para más de 120 distintas mediciones colorimétricas, excepto para hidrocarburos totales en agua. Además permite calibraciones para otros métodos en un rango de longitud de onda que va desde los 400 hasta los 900 nm. La precisión del equipo es de  $\pm 2$  nm desde los 400 nm hasta los 700 nm y de  $\pm 3$  nm desde los 700 nm hasta los 900 nm.

## **2.2 Procedimiento Experimental**

### **2.3.1 Muestras**

Las soluciones que se utilizaron como muestras, fueron preparadas en el laboratorio a concentraciones conocidas, y esto se hizo diluyendo cantidades específicas de una muestra de crudo nacional en agua destilada. Esto para las concentraciones desde 15 ppm hasta 45 ppm, ya que para las concentraciones más pequeñas y por lo difícil de su obtención fue necesario emplear otra técnica.

Previo a la preparación de las muestras, se debe contar con los recipientes apropiados para su contención. Los mismos deben ser frascos de 1 L de capacidad y de color oscuro para evitar el posible efecto que la luz pudiera tener sobre las muestras; las que se preparan de acuerdo al siguiente procedimiento. Toda la cristalería utilizada y los recipientes para las muestras fueron lavados con una pequeña cantidad de TCE previo a su utilización. El volumen de aforo para todas las soluciones crudo/agua fue de 350 ml. Las muestras (excepto las de concentraciones más bajas) se prepararon de acuerdo a lo especificado en la Tabla I de la sección de Datos Originales (Anexo 4).

El procedimiento con el que se prepararon las muestras de concentración más pequeña, es el siguiente:

- Se pesan 1.015 g de crudo muestra o crudo nacional y se diluyen en TCE hasta un volumen de cien ml, obteniendo así una concentración de 100 ppm.
  
- Luego se toma una alícuota de 0.1 ml de ésta solución y se diluye en hasta 350 ml con agua destilada logrando así una concentración de 2.9 ppm.
  
- Se repite el mismo proceso con 0.2 ml y 0.3 ml para preparar las siguientes dos concentraciones de 5.8 ppm y 8.7 ppm respectivamente.

### 2.3.2 Determinación de Hidrocarburos

La determinación de hidrocarburos se llevó a cabo por un proceso de extracción debida al contacto entre las muestras analizadas y el solvente 1,1,1-tricloroetano. La posterior lectura de absorbancia de éste extracto en el espectrofotómetro DR/2010, permitió hallar la concentración de Hidrocarburos. Todo lo anterior está fundamentado en la **Ley de Beer**.

La calibración del espectrofotómetro DR/2010 es un paso necesario previo a la realización de la extracción, ya que las lecturas de la absorbancia varían dependiendo de las propiedades del crudo a analizar. Es decir, cada vez que se utilice el método se debe calibrar el equipo con el crudo que será analizado.

Los pasos para realizar la calibración son los siguientes:

- Se uso como base un petróleo crudo nacional
- Se prepararon soluciones estándar A y B del siguiente modo:

**Solución A:** 0.01 g de crudo diluidos hasta 100 ml con TCE para obtener una concentración de 100 ppm o 100 mg/L

**Solución B:** Se prepararon las siguientes diluciones de A, todas con solvente TCE, y aforados hasta un volumen de 25 ml, de acuerdo a la tabla II de la sección de Datos Originales (Anexo 3).

- Se enciende el espectrofotómetro DR/2010 y se selecciona el programa para lectura de absorbancias.
  
- Se selecciona una longitud de onda de 450 nm.
- Se inserta en una celda, 25 ml de blanco de 1,1,1-tricloroetano
- Se toman las lecturas correspondientes a cada una de las soluciones preparadas en el paso 3.3.2
- Se repiten los pasos 3.3.2 a 3.3.6 una vez más.
- Con los datos obtenidos de cada una de éstas lecturas, se encuentran las ecuaciones y curvas características de los primeros dos grupos de datos.
- También se prepara una curva de calibración que cubre un rango de concentraciones más amplio y similar al rango en el cual el método ASTM 3921 es efectivo. Es ésta curva la que posteriormente se utiliza para la determinación de concentraciones experimentales de la evaluación. Estas diluciones se prepararon de acuerdo al siguiente procedimiento.
- Se preparó una nueva solución base, diluyendo 1.015 g de crudo muestra en 100 ml de TCE obteniendo así una concentración de 10150 ppm. Tal solución fue llamada solución X.
- Las diluciones para esta curva de calibración, fueron preparadas de acuerdo a la tabla III de la sección de Datos Originales (Anexo 3).

El procedimiento para la extracción de hidrocarburos y lectura de absorbancias es el siguiente:

- Llenar con 350 ml de la muestra preparada en el paso 3.1, un embudo de separación.
- Añadir 30 ml de tricloroetano a la muestra.
- Con los 5 ml restantes, se realiza un lavado al frasco original que contenía la muestra. Este lavado debe hacerse, agregando los 5ml de TCE cerrando el frasco y agitando el mismo de arriba abajo y de lado a lado varias veces durante al menos 30 seg.
- Una vez terminado el lavado del frasco, el TCE del mismo debe agregarse también al embudo de separación. (Los dos pasos anteriores, sirven para asegurar que no hayan quedado residuos de hidrocarburos adheridos en las paredes del frasco, lo cual podría afectar las lecturas de absorbancia y los resultados de Eficiencia de la extracción.
- Agitar vigorosamente el embudo de separación durante al menos 30 seg.
- Se deja reposar esta mezcla durante 10 minutos
- Se colectan 25 ml del extracto en la celda de muestra
- Se llena la celda de blanco con 25 ml de tricloroetano
- Se introduce el número de procedimiento programado para crudo en agua.
- Se selecciona en la pantalla una longitud de onda de 450 nm.
- Se coloca la celda de blanco en el portacelda y se cierra
- Se pulsa la tecla: ZERO

- Se retira la celda anterior y se coloca la celda de muestra, la cual contiene el extracto para el que se desea determinar la concentración
- Se pulsa la tecla READ 4 veces consecutivas tomando cada una de las lecturas que el equipo da al hacer esto. El cálculo de concentración debe hacerse sobre él.



### **3. RESULTADOS**

Los resultados obtenidos durante la realización del estudio se presentan en las siguientes tablas que se enumeran a continuación, tablas que aparecen en la sección de anexos.

#### **Tablas XII a XX. Sección de Datos Calculados (Anexo 5)**

En éstas tablas (I a VIII), se muestran los valores de concentración experimental evaluados de hidrocarburos hallados a partir de la absorbancia media de las muestras preparadas para evaluar cada concentración, además de los valores de eficiencia de extracción correspondientes a cada corrida (puntual) y para las tres extracciones de cada concentración. Además, la Tabla IX contiene los resultados generales promedio de concentración y eficiencia para todas las pruebas realizadas.

#### **Tablas I a XI. Sección de Datos Originales ( Anexo 4 )**

En las Tablas I a III, se muestran los datos de cantidad de soluto, diluciones y concentraciones originales que se utilizaron para preparar las muestras que fueron analizadas con TCE. Las Tablas IV a XI, contienen las lecturas originales de absorbancia de cada extracción realizada.

Tales datos corresponden a las lecturas que se obtuvieron con el espectrofotómetro DR/2010.

### **Curvas A1 a A3. Sección de calibraciones**

Las Tablas XXI a XXIII, contienen las lecturas de absorbancia originales al realizar la calibración del DR/2010 con TCE. Además contiene las curvas corregidas después de aplicar el método de mínimos cuadrados a los datos originales.

### **3.1 Discusión de resultados**

La realización experimental de éste trabajo, consistió en dos partes ambas de suma importancia para la obtención de los resultados y en especial para determinar la eficacia y eficiencia del método estudiado como alternativa para la determinación de Hidrocarburos totales por medio del método ASTM 3921.

La primera de éstas dos partes, consistió en la calibración del equipo (espectrofotómetro HACH DR 2010) utilizando una muestra de crudo nacional y el solvente orgánico 1,1,1-Tricloroetano. Lo anterior, debido a que no puede tomarse una curva de calibración estándar que sirva para toda ocasión que la determinación sea realizada.

Es necesario entonces, que cada vez que se analice una muestra de agua de la cual se sospecha que pueda contener hidrocarburos totales; se realiza una calibración del aparato con la muestra de crudo en particular que se desea determinar.

Se realizaron tres calibraciones, las primeras dos, las diluciones se hicieron dentro de un intervalo de concentración desde 10 hasta 50 ppm en TCE y la tercera que comienza en 9.135 ppm y llega hasta 406 ppm en TCE, seleccionándose la tercera antes que las otras dos a pesar de que el coeficiente de correlación de ésta es ligeramente menor a éstas. La razón para esto se discutirá más adelante dentro de ésta sección y los datos obtenidos de tales calibraciones se encuentran en la sección de anexos.

Para comprender de mejor manera como es que la técnica colorimétrica funciona es necesario recordar brevemente la teoría detrás de ésta. El principio fundamental de la misma, surge en la Ley de Beer la cual consiste en que la concentración de una solución y su absorbancia conservan una relación directamente proporcional. La ley de Beer plantea entonces, que la concentración de un determinado soluto en una solución, puede ser obtenida a partir de valores medidos de su transmitancia y/o absorbancia. Cada sustancia en la naturaleza, refleja la luz que incide sobre sus moléculas o átomos de una forma específica, esto es; con una determinada longitud de onda. Cuando se utiliza el espectrofotómetro, éste hace pasar un haz de luz a través de la muestra que se está analizando. Dicho haz, previamente ha pasado por un filtro el cual tiene un selector que permite fijar una longitud de onda en particular la cual depende del soluto que se esté determinando.

Se debe recordar que la luz puede ser descrita tanto como partículas como ondas por lo que la misma presenta un comportamiento definido y particular ante condiciones predeterminadas. Para la realización de éste estudio, se utilizó una longitud de onda de 450 nm y la razón para esto es que al estar analizando muestras de agua, en especial si se trata de cuerpos de agua expuestos al medio ambiente, las posibilidades de que la muestra contenga exclusivamente el contaminante que se desea determinar, son muy remotas.

Lo más seguro es que dicha muestra proveniente ya sea de un río, lago, manantial o cualquier cuerpo acuífero; contenga una buena cantidad de sustancias contaminantes como lo pueden ser ciertos minerales, partículas de gases disueltos, y una gran variedad de solutos con una naturaleza muy distinta a la de los hidrocarburos. Sin embargo, cada sustancia en la naturaleza refleja la luz de distinta forma, esto debido a que por su estructura, tamaño y propiedades, cada partícula absorbe una cantidad específica de potencia radiante. Al seleccionar una longitud de 450 nm para la luz que pasará a través de la muestra, la luz que se obtiene en el espectrofotómetro, tiene una potencia radiante a la cual únicamente especies de Hidrocarburos tienen una absorbancia que pueda ser cuantificable. Es decir, que si deseara determinar otro tipo de contaminante, se tendría que utilizar otra longitud de onda.

Al seleccionar la longitud de onda, se coloca en la celda que contiene la muestra, una cantidad específica del solvente puro que se utiliza para la extracción. En éste caso se trata del 1,1,1-tricloroetano, y haciendo esto se hace pasar la luz con la longitud seleccionada a través de la celda con el solvente puro por lo que tal lectura queda registrada en el aparato como patrón.

Este blanco será usado como referencia, puesto que habrá diferencia en como se absorba la luz al estar sólo el solvente puro en la celda, que cuando éste lo esté pero con un cierto contenido de hidrocarburos, producto del proceso de extracción al que la muestra de agua fue sometida.

Es de ésta manera como el aparato permite determinar la concentración exacta. Una vez más por supuesto, fundamentado en la Ley de Beer. El método **ASTM 3921 Grasas/aceites e hidrocarburos del petróleo en agua** el cual ha servido como referencia para éste estudio, funciona exactamente de la misma manera. El inconveniente con éste método a pesar de ser más eficiente, es que como ya se ha mencionado no es aplicable en estudios de campo.

Como se puede observar en la sección de resultados, es el factor de eficiencia entre una técnica y otra el que establece el criterio para juzgar la utilidad de la técnica colorimétrica, ya que el obtener una eficiencia mayor al 90% permite que el Ministerio de Energía y Minas pueda implementarla como una posible opción para el ASTM 3921 y sobre todo por la facilidad que representaría él poder realizar las pruebas en el campo, con el fin de continuar prestando esa valiosa colaboración al Ministerio de medio ambiente.

Como hipótesis de éste estudio, se propuso el lograr obtener una eficiencia en la extracción de los hidrocarburos superior al 90 % utilizando el TCE. Una vez terminada la parte experimental del estudio, los resultados fueron definitivos ya que al concluir la parte experimental **los porcentajes de eficiencia en la extracción superaron el 90% en la totalidad de las corridas realizadas.**

**Tales resultados de eficiencia, se obtuvieron a partir de la comparación de los datos de concentración de hidrocarburos fijados arbitrariamente (dato teórico) antes de la realización del experimento y los hallados después mediante la utilización de colorimetría. (dato experimental)**

Es importante mencionar el hecho de que las muestras analizadas variaron en un rango de concentración que iba desde 2.9 ppm hasta 45.94 ppm, lo cual tuvo razones específicas para ser trabajado de esa forma. Tal razón, es que en nuestro país actualmente el nivel máximo permisible de hidrocarburos en aguas servidas tanto domésticas como industriales, es de 20 ppm según el decreto 60-89 contenido en el Reglamento de requisitos mínimos y sus límites máximos de contaminación para la descarga de aguas servidas. (Ref. 3)

Entre las razones por las que tal límite no ha sido modificado, se encuentra el hecho de que en Guatemala practicar un análisis de éste tipo resulta costoso y difícil. El Ministerio de Energía y Minas, entidad que coopera con el análisis de éste tipo, en éstos momentos cuenta únicamente con un método certificado para la determinación de hidrocarburos en agua, siendo éste el ASTM 3921 cuya exactitud y precisión es tal, que permite determinar concentraciones de hidrocarburos tan bajas como hasta 0.5 ppm, bastante por debajo del límite ya mencionado.

Otros países, sin embargo, tienen niveles de permisibilidad menores que el nuestro como Costa Rica por ejemplo, en donde el límite establecido para hidrocarburos en agua es de apenas 5 ppm (Ref.3) lo que hace a Guatemala uno de los países que permite niveles altos de éste tipo de compuestos.

Ésta es la razón, por la que durante el desarrollo de éste estudio, se evaluaron concentraciones por debajo de las 20 ppm siendo las mismas de 2.9, 5.8 y 8.7 ppm obteniéndose en los tres casos resultados satisfactorios respecto al porcentaje de extracción alcanzado con el TCE. Es importante recordar que uno de los objetivos de éste estudio, es el determinar la factibilidad del uso de la técnica colorimétrica para la determinación de hidrocarburos y su posible utilización en casos en los que resulte difícil utilizar el ASTM 3921 siendo éste el motivo de evaluar concentraciones tan bajas ya que se ha estudiado la posibilidad de modificar el Reglamento existente (Ref.3) pero tal cosa ocurrirá si existen los métodos apropiados para analizar el agua.

Por otra parte, la razón por la que no se analizaron concentraciones superiores a las 50 ppm, es debido a que por encima de éste nivel la presencia de hidrocarburos es muy obvia e incluso salta a la vista por lo que el uso de una técnica sofisticada y costosa se hace innecesario y para evaluar concentraciones. En tales casos; es preferible el uso de métodos menos costosos como lo podría ser por ejemplo la gravimetría.

Otra razón por la que no se evaluaron concentraciones mayores a las 50 ppm, es debido a que el HACH 2010 es un aparato muy sensible específicamente diseñado para evaluar concentraciones bajas, por lo que niveles muy altos de hidrocarburos en las muestras provocan que el aparato arroje lecturas anómalas e inconsistentes en las que se obtienen resultados incoherentes con la realidad. Además de esto, el utilizar el HACH DR/2010 para tales concentraciones, podría llegar incluso a causar daños en el equipo.

Los resultados fueron definitivos probando así la hipótesis planteada para el estudio. El porcentaje de extracción está por encima del límite deseado y considerado como apropiado para implementar el uso de la técnica colorimétrica como alternativa para el ASTM 3921. Se obtuvieron porcentajes de extracción superiores al 90.0% para todas las extracciones realizadas.

Lo anterior permite concluir que **la técnica colorimétrica de extracción con TCE brinda una opción para el ASTM 3921**, pues cumple con el porcentaje mínimo de eficiencia requerido para que sus resultados sean considerados aceptables válidos.

En total se practicaron análisis para 8 distintas concentraciones con un total de tres corridas para cada concentración. Esto significa que para cada concentración el análisis se repitió en 3 ocasiones. La razón por la que se siguió ésta mecánica al realizar el estudio es que de éste modo no sólo se puede determinar el porcentaje de extracción del TCE sino también las características como la precisión, repetibilidad y exactitud del método. Factores que también son importantes al evaluar la validez de los resultados obtenidos.

No fue posible evaluar la reproducibilidad del método, ya que esto implicaría el realizar la fase experimental del mismo en varios laboratorios y con distintos técnicos a la misma vez. También es posible concluir que **el método de extracción con TCE, es más apropiados para evaluar niveles de concentración bajos (en agua)**, puesto que niveles superiores a las 50 ppm (en TCE) compromete la validez de los resultados obtenidos, el rango en el que el método se considera válido va desde las 2.9 ppm hasta las 45.94 ppm en agua por lo que no es recomendable utilizar ésta técnica para concentraciones superiores a éste al límite superior a éste rango.

De hecho en los cuadros de resultados, se puede observar como en las últimas dos concentraciones evaluadas sobre todo a 459.4 ppm (45.94 ppm en agua) las lecturas de absorbancia ya empiezan a arrojar resultados un poco anómalos específicamente en la segunda corrida en donde el % de recuperación obtenido llega a ser del 102.34% lo cual supera el resultado máximo posible que debió alcanzarse.

Una posible razón para explicar ésta anomalía, es el hecho de que a 459.4 ppm ya se está evaluando por encima del límite máximo de concentración utilizado para hacer la calibración el cual fue de 406 ppm. Se debe recordar que la selección del límite máximo a evaluar, se hace tomando en cuenta, no sólo el hecho de que a concentraciones mayores resulta poco práctico el utilizar colorimetría para determinar la presencia de hidrocarburos; niveles muy altos de hidrocarburos afectan la capacidad del espectrofotómetro para dar resultados confiables debido a la ya antes mencionada sensibilidad del aparato.

Se puede mencionar como referencia, las lecturas obtenidas al realizar una corrida de prueba en el espectrofotómetro a una concentración de 707.5 ppm. A ésta concentración, el aparato arrojó lecturas que subían y bajaban en un intervalo muy amplio de valores al utilizar la función de lectura [READ], tales valores produjeron resultados de eficiencia que variaban desde el 62.3% hasta un 122.8 % lo cual corresponde resultados simplemente imposibles puesto que se trata de la misma muestra a la que se le aplica la función de lectura de absorbancia 4 veces sucesivas como se hizo con otras muestras.

Es fácil e incluso obvio entender porqué concentraciones muy elevadas afectan de forma tan contundente la precisión del espectrofotómetro DR/2010. Puesto que éste es un aparato que funciona basado en la cantidad de energía radiante que una muestra absorbe al pasar la luz del aparato y de éste modo obtener resultados para concentración de la muestra, según la Ley de Beer. Sin embargo, una muestra muy concentrada de hidrocarburos adopta un color oscuro muy fuerte lo que puede hacer que la potencia absorbida alcance niveles para los que el aparato no está preparado a para medir, lo cual es así por diseño.

Recordemos que éste equipo fue diseñado para evaluar concentraciones bajas. De esto se puede concluir que **concentraciones altas de hidrocarburos afectan las lecturas del HACH DR/2010 y pueden llegar a dañar el equipo**. Además también hay que mencionar que la extracción se hace de muestras de agua con un volumen de 350 ml con 35 ml de TCE, lo que significa que una vez que se ha realizado la extracción, los hidrocarburos en TCE quedan 10 veces más concentrados que en el agua. Es decir, que una solución en agua a 20 ppm, en TCE estará a 200 ppm.

Por lo que cuando se insertó en la celda, la muestra a 459.4 ppm en TCE en realidad procede de una muestra que en agua tenía una concentración de 45.94 ppm y esto sucedió así con todas las muestras de agua analizadas.

Esto nos lleva de vuelta a lo mencionado casi al principio de ésta discusión y explica porque se seleccionó la curva de calibración # 3 como la más adecuada para el estudio, puesto que al existir esa diferencia entre el volumen en que los Hidrocarburos se encuentran diluidos en agua y la concentración final que tendrán al ser extraídos por el TCE, evaluar un rango de concentración en agua desde 2.9 ppm hasta 45.94 ppm, implica que en TCE las concentraciones variarían desde 29 ppm hasta 459.4 ppm.

Del análisis de error practicado a los datos obtenidos, también se obtuvieron conclusiones importantes. El procedimiento experimental y el método como tal, tienen repetibilidad ya que al aplicar un análisis de varianzas a las tres corridas (extracciones) realizadas para cada grupo de concentraciones, se logró determinar que no existe diferencia significativa entre una y otra serie de datos. Esto es importante porque elimina la posibilidad de que el error humano inherente al operador del equipo pueda haber influenciado de forma significativa los resultados obtenidos para las lecturas de absorbancia de cada muestra.

Además de esto, también se determinó la precisión del método correspondiente a errores inherentes del método desde la preparación de las muestras hasta el error del operador y la precisión instrumental. Todo esto se desarrolla más ampliamente en la sección de Análisis de error (Anexo 2).

Lo importante es que de tal análisis se logra obtener la precisión total del método y que está dada por la siguiente ecuación (10) del listado de ecuaciones utilizadas. De acuerdo a la misma, los factores mencionados que conllevan error, no tuvieron un impacto significativo en la obtención de los datos, por lo que se puede concluir que el método es confiable para un rango de concentraciones desde 2.9 ppm hasta 45.94 ppm en agua (29 ppm a 459.4 ppm en TCE).

También se calcularon las desviaciones standard para cada una de las corridas realizadas para cada concentración partiendo del hecho de que los porcentajes de eficiencia más bajos registrados correspondieron a las concentraciones más bajas que fueron evaluadas. Esto se atribuye a dos razones. La primera, es que debido a que por tratarse de las concentraciones más bajas, son precisamente éstas, cuyos valores son más susceptibles a verse afectados por cambios ligeros, los que en última instancia crean una mayor variación entre un resultado y otro. Esto refiriéndose a la misma concentración pero distintas corridas.

Lo anterior se hace evidente al observar las desviaciones standard calculadas para los tres datos de eficiencia de cada una de las concentraciones más bajas. Tales desviaciones resultan ser las más altas para cualquiera de las concentraciones y aumentan gradualmente conforme la concentración que se evalúa aumenta. Estas desviaciones tienen valores de 1.178, 2.842 y 3.635 para las concentraciones de 2.9 ppm, 5.8 ppm y 8.7 ppm respectivamente.

Después de esto, se observa que a partir de la concentración de 15.32 ppm, aunque su desviación standard sigue estando cerca de las desviaciones de las tres concentraciones anteriores, la tendencia creciente que la desviación presentaba para éstas ya ha alcanzado un máximo y para éste punto la tendencia es de disminuir. Para una concentración de 22.98 ppm, el valor de desviación standard se encuentra por debajo de 1.0 y ésta tendencia decreciente se mantiene conforme la concentración aumenta lo que sugiere que cuando la concentración evaluada es mayor, la eficiencia de la extracción se hace menos sensible a cualquier tipo de cambios (o incertezas de procedimiento); lo que explica porque existe menor variación entre una y otra corrida para una misma concentración.

En resumen, se concluye que a concentraciones más bajas (cercanas a cero), los resultados de eficiencia son tan sensibles que aspectos técnicos como el manejo y preparación de muestras, procedimiento experimental e incluso la precisión del equipo y del mismo operador, pueden llegar a afectar la eficiencia final de la extracción lo suficiente como para generar los más bajos resultados posibles. Esto significa que debido a éstos aspectos técnicos, es más fácil que ocurran pérdidas de hidrocarburos en partes del procedimiento experimental como lo son por ejemplo, los lavados con TCE que se aplican a cada una de las corridas.

Puesto que a concentraciones bajas, las cantidades a lavar son tan pequeñas, cualquier pérdida que se tenga puede llegar a afectar significativamente el resultado final de la extracción.

Este efecto no es tan notable en las muestras de mayor concentración, ya que para éstas, debido a que existe una mayor cantidad de hidrocarburos para extraer, aunque se tengan pérdidas similares que en las concentraciones más bajas (en cantidad, no en porcentaje), las mismas no afectan el resultado final de la extracción de una forma tan dramática o notable con ocurriría en los casos antes mencionados.

## CONCLUSIONES

- 1 La técnica colorimétrica de extracción con TCE para la determinación de Hidrocarburos en agua, resulta ser una opción adecuada para utilizarla en casos en los que no es posible aplicar el método ASTM 3921 debido a que los porcentajes de eficiencia en la extracción superan el 90% propuesto en la hipótesis de éste estudio.
- 2 Los análisis han permitido concluir que la técnica colorimétrica de extracción con TCE provee resultados aceptables para la determinación de Hidrocarburos en muestras de agua y específicamente para niveles en los que la concentración de Hidrocarburos en agua es baja, tolerando un máximo cercano a las 50 ppm.
- 3 El solvente orgánico 1,1,1-tricloroetano (TCE), permite extraer Hidrocarburos presentes en muestras de agua con una eficiencia superior al 90% propuesto como límite de aceptación en éste estudio.
- 4 También se logró concluir que niveles de concentración superiores a las 45 ppm antes mencionadas, disminuyen la confiabilidad de los resultados específicamente de los porcentajes de extracción, debido a que concentraciones altas afectan las lecturas de absorbancia obtenidas puesto que el espectrofotómetro HACH DR/2010 es un aparato muy sensible a tales niveles.

- 5 La utilización del TCE como solvente orgánico para extraer Hidrocarburos es efectiva puesto que al realizar la calibración del HACH DR/2010 la misma resulta con un coeficiente de correlación de 0.989 entre la concentración de la muestra con la lectura de absorbancia lo que demuestra compatibilidad con lo expresado por la Ley de Beer.
  
- 6 A través del análisis de error practicado a los datos, el cual incluye un análisis de varianzas de un factor, se logró establecer que factores como la preparación y manejo de muestras, la precisión del equipo y el error humano del técnico a cargo de la fase experimental, no afectan significativamente los resultados de absorbancia y concentración hallados a partir del método colorimétrico.
  
- 7 Del análisis de desviaciones estándar de cada corrida, se concluye que el método es más susceptible a inexactitudes de procedimiento al evaluar concentraciones más bajas cercanas a cero ppm, lo que resulta en la obtención de los menores porcentajes de eficiencia.

## RECOMENDACIONES

- 1 Continuar la evaluación de la técnica, realizando una prueba de campo, es decir; probar la técnica con muestras de agua silvestre o expuesta al medio ambiente para observar los resultados que ésta presenta en términos de concentración de Hidrocarburos.
- 2 Se sugiere también que el agua tomada como muestra para la prueba antes mencionada, provenga de lugares con tendencia a presentar Hidrocarburos como lo podría ser agua de regiones cercanas a refinerías o cualquier lugar donde se procese y/o almacenen Hidrocarburos como por ejemplo; la gasolina.
- 3 Así como se habla de llevar muestras al laboratorio del Ministerio de Energía y Minas, que vengan de zonas propensas a presentar hidrocarburos, también es aconsejable realizar una prueba de campo en la que el quipo así como el reactivo necesario para realizar la evaluación; sean desplazados hacia la zona en cuestión. Lo anterior, con el fin de evaluar también la portabilidad del método.
- 4 Es aconsejable que en una siguiente fase de trabajo, se realice la validación del método repitiendo el trabajo en distintos laboratorios (al menos 20), analizando así la reproducibilidad del método.

5 Determinar la repetibilidad y la reproducibilidad del método ambas características son vitales para que en determinado momento el método pueda incluso ser validado. Lo que se logra, al realizar éste procedimiento en distintos otros laboratorios con personas distintas a cargo de realizar el experimento.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1.

ARGUETA. Silvia Patricia. Determinación de las concentraciones de hidrocarburos derivados del petróleo por cromatografía, y determinación de las propiedades fisicoquímicas del área de abastecimiento Ojo de Agua. (Tesis Ingeniero Químico. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería 1998) p. 18-41

2.

ICAITI. **Manejo de residuos peligrosos en el área metropolitana de la ciudad de Guatemala.** (Informe final AMSA, 1991) p. 12-15

3.

División de control ambiental y monitoreo de aguas. **Monitoreo y análisis de laboratorio del lago de Amatitlán.** (AMSA, 1996, 97 y 98) p. 110

4.

LARA ESCOBAR, Oscar Humberto. Estandarización de un método por extracción y lectura por cromatografía de gases para cuantificar hidrocarburos alifáticos en muestras de sedimento. (Tesis Ingeniero Químico. Universidad de San Carlos de Guatemala, Facultad de Ingeniería 1994) p. 10-12 y 46-53.

**5.**

**CONAMA. Reglamento de requisitos mínimos y sus límites máximos permisibles de contaminación para la descarga de aguas servidas.**

(Comisión nacional del medio ambiente, 1989 p. 1-12.

**6.**

**PADILLA, Aura. Propuesta de modificación del reglamento de requisitos mínimos y sus límites máximos permisibles de contaminación para la descarga de aguas servidas. (CONAMA Y AMSA, 1996, 1997 p. 50-63)**

## BIBLIOGRAFÍA

- 1) Harris, Daniel C. **Análisis Químico Cuantitativo**. 5<sup>ta</sup> Edición. Traducción Dr. Alan Quere. México: Grupo Editorial Iberoamérica, 1994.
- 2) Morrison, Robert. **Química Orgánica**. 3<sup>ra</sup> edición. Traducción Peter Fiedler. Fondo Educativo Interamericano S.A. Bogotá: 1990.
- 3) Skoog, Douglas A. & West Donald M. **Análisis Instrumental**. 2<sup>a</sup> ed. Traducción Mario Calcagno. Editorial Mc Graw-Hill. México: 1989.



## Apéndice 1

### Cálculo de Muestra

#### Cálculo de la concentración real (ppm)

Para realizar éste cálculo, se despeja la variable de concentración de la ecuación (4), obteniendo el siguiente modelo matemático:

$$C = (Abs - 0.069146554)/0.0044719 \quad (4)$$

Donde:

C: Representa la concentración del extracto en ppm o mg/L

Abs: Representa la absorbancia media obtenida a partir de mediciones colorimétricas

Luego se toma el valor medio de absorbancia observado para cada una de las muestras preparadas (corridas) para una misma concentración y se sustituye en (5).

De éste modo se obtiene el valor medio de concentración experimental para cada muestra o corrida. Una vez que se cuenta con éstos datos, se obtiene el **valor de concentración experimental promedio que se logró por las tres muestras (Ce)**.

### **Cálculo del Porcentaje de eficiencia de la extracción**

Se calcularon eficiencias por cada muestra preparada o corrida y además se calcula una eficiencia global o total para el método. La eficiencia de la extracción para cada corrida se obtiene a partir de la siguiente fórmula:

$$\eta \% = 100 - [(Ct-Ce)/Ct]*100 \quad (5)$$

Donde:

$\eta\%$ : Representa el % de eficiencia obtenido en la extracción para todas las muestras.

$C_t$ , representa el valor de concentración teórico o ideal que se espera obtener al realizar la extracción.

$C_e$ , representa el valor de concentración experimental obtenido después de que se realizó la extracción de hidrocarburos con TCE.

Para la realización de éste cálculo de muestra, se ha tomado como referencia los datos de la tabla No. 7 (corrida 1) que aparece en el **Anexo Datos Calculados** y los datos de la tabla 10 del **Anexo Datos Originales** (corrida 1). Estos cálculos se presentan a continuación:

Se sustituye la absorbancia promedio en (5) de la siguiente manera:

$$C_e = (1.739 - 0.06914655)/0.00447198 = 373.40 \text{ ppm}$$

Este resultado corresponde a la concentración en ppm con la que ha quedado el extracto de TCE y debe dividirse entre 10 puesto que lo que desea encontrarse es cuanto se ha recuperado de lo originalmente había en agua. De éste modo se ha obtenido la concentración experimental de cada una de las tres corridas realizadas. Para obtener la concentración experimental total, simplemente se promedian cada una de las concentraciones individuales obtenidas por el cálculo anterior.

Para calcular la eficiencia de extracción que alcanzó el método en cada una de las concentraciones evaluadas, se sustituye el dato de concentración experimental obtenido para cada corrida en la ecuación (6) de la siguiente forma:

$$\eta\% = 100 - [(38.31-37.34)/38.31]*100 = 97.469\%$$

Este dato representa la eficiencia de la extracción para esa corrida en particular, y para calcular el % de eficiencia total de la extracción para una determinada concentración, únicamente se deben promediar los tres resultados puntuales de eficiencia obtenidos. Así para la los datos de la tabla que se ha estado trabajando, la eficiencia total es de:

$$\eta\epsilon\% = (\eta_1 + \eta_2 + \eta_3) / 3 \quad (6)$$

$$\eta\epsilon_1 = (97.469 + 98.250 + 9.278) / 3 = 98.422$$

Para el cálculo de la eficiencia del método en forma total y para todas las concentraciones evaluadas, se procede de la siguiente forma:

## Apéndice 2

### Análisis de Error

El análisis de error para éste estudio se basa en tres condiciones fundamentales y que sirven para establecer la confiabilidad del método y la precisión de los datos obtenidos. Se ha planteado entonces de la siguiente manera.

#### Error porcentual

De acuerdo a la hipótesis planteada al principio del estudio, la eficiencia de extracción con TCE debe ser mayor al 90%, lo que significa que el máximo error permitido en cualquiera de las extracciones puntuales es del 10%. Este porcentaje de error, puede calcularse a partir de dos formas, ambas igualmente efectivas. La primera, es a partir de la fórmula:

$$\% \text{ Error} = [(C_t - C_{exp})/C_t] \times 100 \quad (8)$$

$$\% \text{ Error} = 100 - \eta_T \quad (9)$$

Los resultados de éstos cálculos se encuentran en la tabla No. 9 de la sección de Datos Calculados.

### **Análisis de Varianzas (ANOVA)**

Se practicó un análisis de varianza, con el fin de determinar la repetibilidad y confianza de los datos obtenidos al hacer las extracciones entre muestra y muestra evaluando así la precisión del operador a cargo de las extracciones. Para entender esto, es necesario explicar el modo en que se manejaron los datos. Se prepararon tres muestras independientes para cada concentración lo que hace un total de 24 muestras. Para cada una de éstas muestras se tomaron 4 lecturas de absorbancia en el DR/2010 obteniendo así un total de 96 datos. Este total fue dividido en 3 grupos a los cuales se les ha llamado corridas y que representan los datos hallados al realizar extracciones al menos una vez para cada concentración. Tales datos se encuentran en la Tabla I de la Sección de cálculos de confiabilidad. El análisis de varianzas (**ANOVA**) trata a cada corrida como evaluaciones independientes del método para las cuales solamente se ha analizado una muestra por cada concentración y calcula su varianza. Luego repite todos los pasos del método para dos nuevos grupos de muestras independientes de la primera y entre sí evaluando las mismas concentraciones y calculando la varianza de cada uno de éstos grupos. De éste modo se obtiene una población estadística en las que únicamente influye directamente sobre el resultado el nivel de repetición que el técnico a cargo tuvo para con todas las muestras.

El análisis de varianzas aparece resumido en la sección Cálculos de confiabilidad (Anexo 7) realizado con un nivel de confianza del 95%. Según el mismo, el valor obtenido para F es de 0.02902368 después de analizar las 3 corridas de extracciones. El valor crítico para el parámetro F es de 3.09434256 y de acuerdo a éste resultado, es posible concluir que no existe diferencia significativa entre una y otra corrida. Esto sugiere que el procedimiento utilizado para cada una de las extracciones tuvo el grado de repetibilidad suficiente como para compensar cualquier posible error humano.

Es necesario hacer notar que de todos los datos obtenidos para cada corrida, únicamente se rechazaron los correspondientes a la extracción de 8.7 ppm de la primera corrida, debido a que en el manejo de ésta muestra se incurrió en un error y no se practicó el lavado con TCE al frasco que originalmente contenía la muestra. Consecuentemente, las absorbancias obtenidas para ésta muestra, fueron considerablemente más bajas que las de las otras dos corridas para la misma concentración.

### **Análisis de precisión**

También se determinó la precisión del método, la cual refleja los errores inherentes a la preparación de la muestra, manejo de la misma y errores instrumentales a del espectrofotómetro DR/2010. Este cálculo, parte de la fracción de error calculada al restar la concentración obtenida después de cada extracción y la concentración teórica o esperada que fue con la que se preparó la muestra. Como resultado de esto, la precisión del método está dada por la ecuación:

$$S = -0.0015C + 0.1005 \quad (10)$$

Donde:

S, Representa la precisión total del método

C, Representa la concentración experimental de las muestras analizadas

En resumen, se determinó (a partir del análisis de varianzas) que la precisión del operador a cargo de las pruebas responde a una constante de 0.03, la cual ya ha sido tomada en cuenta para la obtención de la ecuación (10) lo que en términos generales habla muy bien de la repetibilidad y precisión del método. No es posible sin embargo, analizar la reproducibilidad del método ya que para hacer esto sería necesario que todo el procedimiento de extracción se repitiera en un número considerable de veces.

## Apéndice 3

### Listado de ecuaciones utilizadas

1. Las primeras tres ecuaciones corresponden a cada una de las calibraciones realizadas con el espectrofotómetro DR 2010 para la determinación de hidrocarburos en TCE. Para cada ecuación se ha agregado el valor del coeficiente de correlación obtenido. En cada una de éstas ecuaciones, A representa la absorbancia y C representa la concentración en ppm.

$$A = 0.005225C + 0.0006 \quad (1)$$

$$R^2 = 0.99596$$

$$A = 0.005115C + 0.0036 \quad (2)$$

$$R^2 = 0.99568$$

$$A = 0.00447198C + 0.069146554 \quad (3)$$

$$R^2 = 0.98894$$

2. El segundo grupo de ecuaciones, corresponde a las ecuaciones utilizadas para los cálculos de concentración experimental de cada corrida y extracción, así como el cálculo de porcentaje de eficiencia de la extracción respecto a la concentración esperada o teórica. Además, también incluye:

$$C = (A - 0.069146554)/0.00447198 \quad (4)$$

$$\eta\% = 100 - [(C_t - C_e)/C_t] * 100 \quad (5)$$

$$\eta\epsilon\% = (\eta_1 + \eta_2 + \eta_3) / 3 \quad (6)$$

$$\eta\tau\% = (\eta\epsilon_1 + \eta\epsilon_2 \dots + \eta\epsilon_8) / 8 \quad (7)$$

$$\text{Error}\tau = [(C_t - C_e)/C_t] * 100 \quad (8)$$

$$\% \text{ Error} = 100 - \eta\tau \quad (9)$$

$$S = -0.0015C + 0.1005 \quad (10)$$

## Apéndice 4

**Tabla I. Datos originales. Preparación de muestras de Hidrocarburos en agua**

<b>Crudo (mg)</b>	<b>Concentración en Agua (ppm)</b>	<b>Concentración en TCE (ppm)</b>
5.360	15.320	153.200
8.046	22.990	229.900
10.730	30.650	306.500
13.410	38.310	383.100
16.020	45.980	459.800

**Tabla II. Datos originales. Preparación de muestras de Hidrocarburos en agua**

<b>Solución A (ml)</b>	<b>Tricloroetano (ml)</b>	<b>Concentración (ppm)</b>
2.500	22.500	10.000
5.000	20.000	20.000
7.500	17.500	30.000
10.000	15.000	40.000
12.000	12.500	50.000

**Tabla III. Datos originales. Preparación de muestras de Hidrocarburos en agua**

<b>Soluto</b>	<b>Solución resultante</b>	<b>Concentración final (ppm)</b>
2 ml de Sol. X	Y	406.000
1.5 ml de Sol. X	W	304.500
25 ml de Sol. Y	Z	203.000
1.5 ml de Sol. W	R	91.350
5 ml de Sol. R	S	9.135

**Tabla IV. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 2.9 ppm.**

<b>29 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>2.9 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	0.189	0.188	0.189
2	0.189	0.188	0.191
3	0.189	0.187	0.190
4	0.190	0.186	0.190
<b>Absorbancia Media</b>	<b>0.189</b>	<b>0.187</b>	<b>0.190</b>

**Tabla V. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 5.8 ppm.**

<b>58 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>5.8 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	0.304	0.306	0.318
2	0.304	0.306	0.319
3	0.304	0.308	0.319
4	0.303	0.307	0.316
<b>Absorbancia Media</b>	<b>0.304</b>	<b>0.307</b>	<b>0.318</b>

**Tabla VI. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 8.7 ppm.**

<b>87 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>8.7 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	0.288	0.440	0.440
2	0.285	0.430	0.460
3	0.280	0.430	0.445
4	0.275	0.430	0.455
<b>Absorbancia Media</b>	<b>0.282</b>	<b>0.433</b>	<b>0.450</b>

**Tabla VII. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 15.32 ppm.**

<b>153.2 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>15.32 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	0.702	0.731	0.733
2	0.703	0.728	0.700
3	0.702	0.728	0.733
4	0.702	0.729	0.732
<b>Absorbancia Media</b>	<b>0.702</b>	<b>0.729</b>	<b>0.725</b>

**Tabla VIII. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 22.98 ppm.**

<b>229.8 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>22.98 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	1.054	1.066	1.067
2	1.052	1.065	1.067
3	1.053	1.064	1.069
4	1.053	1.065	1.065
<b>Absorbancia Media</b>	<b>1.053</b>	<b>1.065</b>	<b>1.067</b>

**Tabla IX. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 30.65 ppm.**

<b>306.5 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>30.65 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	1.434	1.421	1.410
2	1.435	1.422	1.411
3	1.432	1.422	1.414
4	1.436	1.419	1.409
<b>Absorbancia Media</b>	<b>1.434</b>	<b>1.421</b>	<b>1.411</b>

**Tabla X. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 38.31 ppm.**

<b>383.1 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>38.31 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	1.738	1.752	1.799
2	1.740	1.762	1.755
3	1.739	1.756	1.761
4	1.739	1.757	1.765
<b>Absorbancia Media</b>	<b>1.739</b>	<b>1.757</b>	<b>1.770</b>

**Tabla XI. Datos originales. Determinación de Hidrocarburos con Tricloroetano 45.93 ppm.**

<b>459.3 ppm en TCE</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corria 3</b>
<b>45.93 ppm en H2O</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Absorbancia</b>
<b>Lectura número</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>	<b>observada</b>
1	2.052	2.171	2.061
2	2.055	2.171	2.063
3	2.046	2.169	2.060
4	2.056	2.170	2.060
<b>Absorbancia Media</b>	<b>2.052</b>	<b>2.170</b>	<b>2.061</b>

## Apéndice 5

**Tabla XII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 2.9 ppm.**

<b>2.9</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>Corrida</b>				
1	0.189	2.680	7.583	92.417
2	0.187	2.635	9.125	90.875
3	0.190	2.702	6.812	93.188
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.189</b>	<b>2.673</b>	<b>7.840</b>	<b>92.160</b>

**Tabla XIII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 5.8 ppm.**

<b>5.8</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>Corrida</b>				
1	0.304	5.252	9.454	90.546
2	0.307	5.319	8.297	91.703
3	0.318	5.565	4.056	95.944
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.310</b>	<b>5.378</b>	<b>7.269</b>	<b>92.731</b>

**Tabla XIV. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 8.7 ppm.**

<b>8.7</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	0.282	4.749	45.419	54.581
2	0.430	8.075	7.186	92.814
3	0.450	8.522	2.046	97.954
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.387</b>	<b>8.298</b>	<b>4.616</b>	<b>95.384</b>

**Tabla XV. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 15.32 ppm.**

<b>15.32</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	0.702	14.152	7.627	92.373
2	0.729	14.755	3.686	96.314
3	0.725	14.666	4.270	95.730
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.719</b>	<b>14.524</b>	<b>5.194</b>	<b>94.806</b>

**Tabla XVI. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 22.98 ppm.**

<b>22.98</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	1.053	22.000	4.263	95.737
2	1.065	22.269	3.095	96.905
3	1.067	22.313	2.901	97.099
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.062</b>	<b>22.194</b>	<b>3.420</b>	<b>96.580</b>

**Tabla XVII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 30.65 ppm.**

<b>30.65</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	1.434	30.520	0.424	99.576
2	1.421	30.229	1.372	98.628
3	1.411	30.006	2.102	97.898
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.422</b>	<b>30.252</b>	<b>1.299</b>	<b>98.701</b>

**Tabla XVIII. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 38.31 ppm.**

<b>38.31</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	1.739	37.340	2.531	97.469
2	1.757	37.743	1.480	98.520
3	1.770	38.034	0.722	99.278
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.755</b>	<b>37.706</b>	<b>1.578</b>	<b>98.422</b>

**Tabla XIX. Datos calculados. Concentración experimental y porcentaje de eficiencia de extracción 45.93 ppm.**

<b>45.93</b>	<b>Absorbancia Promedio</b>	<b>Concentración Experimental</b>	<b>Error Procentual</b>	<b>h%</b>
<b>No. De Corrida</b>				
1	2.052	44.339	3.463	96.537
2	2.170	46.978	-2.282	102.282
3	2.061	44.541	3.025	96.975
<b>PROMEDIO</b>	<b>2.094</b>	<b>45.286</b>	<b>1.402</b>	<b>98.598</b>

**Tabla XX. Datos calculados. Concentración experimental total y eficiencia  
Por ensayo de extracción**

<b>Resultados Generales</b>					
<b>Ct</b>	<b>Cexp</b>	<b>Abs esperada</b>	<b>Abs Obtenida</b>	<b>% de Error</b>	<b>Eficiencia Total</b>
2.900	2.673	0.199	0.189	7.840	92.160
5.800	5.378	0.329	0.310	7.269	92.931
8.700	8.299	0.458	0.387	4.616	95.384
15.320	14.524	0.754	0.719	5.194	94.806
22.980	22.194	1.097	1.062	3.420	96.580
30.650	30.468	1.440	1.432	1.299	99.406
38.310	37.706	1.782	1.755	1.578	98.422
45.930	45.268	2.123	2.094	1.402	98.598
<b>Promedio</b>		<b>1.023</b>	<b>0.994</b>	<b>4.077</b>	<b>96.036</b>

**Donde:**

**Ct** Concentración teórica o esperada de hidrocarburos en ppm

**Abs esperada** Absorbancia esperada o teórica que se debió obtener para que el rendimiento fuese ideal

**Cexp** Concentración experimental de hidrocarburos en ppm que se obtuvo al realizar las extracciones

**Abs obtenida** Lectura de absorbancia obtenida al realizar las extracciones con TCE

## Apéndice 6

**Tabla XXI. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 lectura uno**

Concentración (ppm)	Absorbancia original	Absorbancia corregida
10	0.055	0.053
20	0.097	0.105
30	0.168	0.157
40	0.203	0.2096
50	0.263	0.2618

**R=0.99596**

**Ecuación obtenida:  $A=0.0006+0.005225C$**

**Tabla XXII. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 lectura dos**

Concentración (ppm)	Absorbancia original	Absorbancia corregida
10	0.055	0.05475
20	0.101	0.1059
30	0.166	0.15705
40	0.201	0.2082
50	0.261	0.25935

**R=0.995678**

**Ecuación obtenida:  $A=0.0036+0.005115C$**

**TablaXXIII. Calibraciones del Espectrofotómetro DR 2010 lectura tres**

Concentración (ppm)	Absorbancia original	Absorbancia corregida
9.135	0.052	0.1099
91.35	0.471	0.4776
203	1.026	0.9769
304.5	1.579	1.4309
406	1.751	1.8848

**R=0.98894**

**Ecuación obtenida:  $A=0.06914655+0.00447198C$**

### NOTA

Se aplicó el método de mínimos cuadrados a los valores obtenidos de absorbancia original y se logró determinar así la curva de calibración. Luego, se obtuvieron los valores de absorbancia corregida al sustituir, el dato de concentración original en la ecuación obtenida. Únicamente fueron graficados los datos linealizados para demostrar así el cumplimiento de la Ley de Beer.

## Apéndice 7

**Tabla XXIV. Cálculos de Confiabilidad. Determinación de la precisión total del método**

<b>Correlación entre las fracciones de error y concentración esperada</b>			
<b>% de Error</b>	<b>Cexp</b>	<b>fracción de Error</b>	<b>%Eficiencia Total</b>
7.840	2.673	0.10700	92.160
7.069	5.378	0.10129	92.931
4.616	8.299	0.07476	95.384
5.194	14.524	0.08054	94.806
3.420	22.194	0.06280	96.580
0.594	30.468	0.04159	99.406
1.578	37.706	0.04438	98.422
1.402	45.268	0.04262	98.598
<b>Promedio</b>	<b>20.814</b>	<b>0.069</b>	<b>96.036</b>

**Precisión media del operador                      0.02859774**  
**según el ANOVA**

**Nota:**

La columna que contiene los datos de fracción de error ya incluye la constante de Precisión media del operador calculada a partir del análisis de varianza.

**Tabla XXV. Cálculos de confiabilidad 2.9 ppm.**

<b>2.9</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No. Corrida</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	0.189	2.680	2.714	2.646	93.595	91.239	92.417
2	0.187	2.635	2.670	2.601	92.053	89.697	90.875
3	0.190	2.702	2.737	2.668	94.366	92.010	93.188
<b>Desv Std</b>	<b>0.002</b>	<b>0.034</b>	<b>0.034</b>	<b>0.034</b>	<b>1.178</b>	<b>1.178</b>	<b>1.178</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.189</b>	<b>2.673</b>	<b>2.707</b>	<b>2.638</b>	<b>93.338</b>	<b>90.982</b>	<b>92.160</b>

**Tabla XXVI. Cálculos de confiabilidad 5.8 ppm.**

<b>5.8</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No. Corrida</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	0.304	5.252	5.417	5.087	93.391	87.701	90.546
2	0.307	5.319	5.484	5.154	94.547	88.858	91.703
3	0.318	5.565	5.730	5.400	98.788	93.099	95.944
<b>Desv Std</b>	<b>0.007</b>	<b>0.165</b>	<b>0.165</b>	<b>0.165</b>	<b>2.842</b>	<b>2.842</b>	<b>2.842</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.310</b>	<b>5.378</b>	<b>5.543</b>	<b>5.213</b>	<b>95.576</b>	<b>89.886</b>	<b>92.731</b>

**Tabla XXVII. Cálculos de confiabilidad 8.7 ppm.**

<b>8.7</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No. Corrida</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
2	0.430	8.075	8.391	7.759	96.449	89.179	92.814
3	0.450	8.522	8.838	8.206	101.589	94.319	97.954
<b>Desv Std</b>	<b>0.014</b>	<b>0.316</b>	<b>0.316</b>	<b>0.316</b>	<b>3.635</b>	<b>3.635</b>	<b>3.635</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.440</b>	<b>8.298</b>	<b>8.615</b>	<b>7.982</b>	<b>99.019</b>	<b>91.749</b>	<b>95.384</b>

**Tabla XXVIII. Cálculos de confiabilidad 15.32 ppm.**

<b>15.32</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No.Corrída</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	0.702	14.152	14.478	13.826	94.501	90.245	92.373
2	0.729	14.755	15.081	14.429	98.442	94.186	96.314
3	0.725	14.666	14.992	14.340	97.858	93.602	95.730
<b>Desv Std</b>	<b>0.015</b>	<b>0.326</b>	<b>0.326</b>	<b>0.326</b>	<b>2.127</b>	<b>2.127</b>	<b>2.127</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>0.719</b>	<b>14.524</b>	<b>14.850</b>	<b>14.198</b>	<b>96.934</b>	<b>92.678</b>	<b>94.806</b>

**Tabla XXIX. Cálculos de confiabilidad 22.98 ppm.**

<b>22.98</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No.Corrída</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	1.053	22.000	22.169	21.831	96.473	95.002	95.737
2	1.065	22.269	22.438	22.100	97.640	96.169	96.905
3	1.067	22.313	22.482	22.144	97.835	96.364	97.099
<b>Desv Std</b>	<b>0.008</b>	<b>0.169</b>	<b>0.169</b>	<b>0.169</b>	<b>0.737</b>	<b>0.737</b>	<b>0.737</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.062</b>	<b>22.194</b>	<b>22.363</b>	<b>22.025</b>	<b>97.316</b>	<b>95.845</b>	<b>96.580</b>

**Tabla XXX. Cálculos de confiabilidad 30.65 ppm.**

<b>30.65</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No. De Corrida</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	1.434	30.520	30.778	30.262	100.418	98.734	99.576
2	1.421	30.229	30.487	29.971	99.470	97.786	98.628
3	1.411	30.006	30.264	29.748	98.740	97.056	97.898
<b>Desv Std</b>	<b>0.012</b>	<b>0.258</b>	<b>0.258</b>	<b>0.258</b>	<b>0.841</b>	<b>0.841</b>	<b>0.841</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.422</b>	<b>30.252</b>	<b>30.510</b>	<b>29.994</b>	<b>99.543</b>	<b>97.859</b>	<b>98.701</b>

**Tabla XXXI. Cálculos de confiabilidad 38.31 ppm.**

<b>38.31</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No.Corrída</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	1.739	37.340	37.688	36.992	98.377	96.561	97.469
2	1.757	37.743	38.091	37.395	99.428	97.611	98.520
3	1.770	38.034	38.382	37.686	100.187	98.370	99.278
<b>Desv Std</b>	<b>0.016</b>	<b>0.348</b>	<b>0.348</b>	<b>0.348</b>	<b>0.909</b>	<b>0.909</b>	<b>0.909</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>1.755</b>	<b>37.706</b>	<b>38.054</b>	<b>37.358</b>	<b>99.331</b>	<b>97.514</b>	<b>98.422</b>

**Tabla XXXII. Cálculos de confiabilidad 45.93 ppm.**

<b>45.93</b>	<b>Absorbancia</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Concentración</b>	<b>Eficiencia</b>	<b>Eficiencia</b>	
<b>No.Corrída</b>	<b>Media</b>	<b>Experimental</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>Máxima</b>	<b>Mínima</b>	<b>h%</b>
1	2.052	44.339	45.808	42.870	99.735	93.339	96.537
2	2.170	46.978	48.447	45.509	105.480	99.084	102.282
3	2.061	44.541	46.010	43.072	100.174	93.777	96.975
<b>Desv Std</b>	<b>0.066</b>	<b>1.469</b>	<b>1.469</b>	<b>1.469</b>	<b>3.198</b>	<b>3.198</b>	<b>3.198</b>
<b>PROMEDIO</b>	<b>2.094</b>	<b>45.286</b>	<b>46.755</b>	<b>43.817</b>	<b>101.796</b>	<b>95.400</b>	<b>98.598</b>

**Tabla XXXIII. Determinación de la precisión total del método**

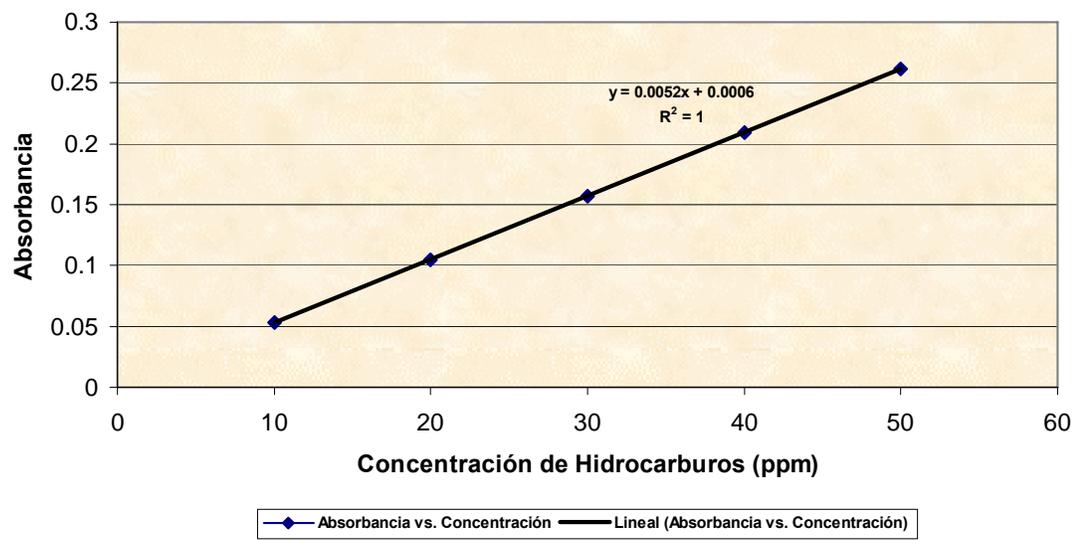
<b>Cocentración (ppm)</b>	<b>Corrida 1</b>	<b>Corrida 2</b>	<b>Corrida 3</b>
Esperada 2.900	0.189	0.188	0.189
Obtenida 2.670	0.189	0.187	0.190
Esperada 5.800	0.189	0.186	0.191
Obtenida 5.378	0.304	0.306	0.318
Esperada 8.700	0.304	0.306	0.319
Obtenida 8.299	0.304	0.308	0.319
Esperada 15.320	0.303	0.307	0.316
Obtenida 14.524	0.288	0.440	0.440
Esperada 22.980	0.285	0.430	0.460
Obtenida 22.194	0.275	0.430	0.445
Esperada 30.650	0.280	0.430	0.455
Obtenida 30.468	0.702	0.731	0.733
Esperada 38.310	0.703	0.728	0.700
Obtenida 37.706	0.702	0.728	0.733
Esperada 45.930	0.702	0.729	0.732
Obtenida 45.268	1.054	1.066	1.067
Esperada 53.650	1.052	1.065	1.067
Obtenida 53.468	1.053	1.064	1.069
Esperada 61.310	1.053	1.065	1.065
Obtenida 61.128	1.434	1.421	1.410
Esperada 69.030	1.435	1.422	1.411
Obtenida 68.848	1.432	1.422	1.414
Esperada 76.690	1.436	1.419	1.409
Obtenida 76.508	1.738	1.752	1.799
Esperada 84.410	1.740	1.762	1.755
Obtenida 84.228	1.739	1.756	1.761
Esperada 92.070	1.739	1.757	1.765
Obtenida 91.888	2.052	2.171	2.061
Esperada 100.790	2.055	2.171	2.063
Obtenida 100.608	2.046	2.169	2.060
Esperada 108.450	2.056	2.170	2.060
Obtenida 108.268			

**Tabla XXXIV. Resumen Análisis de Confiabilidad.  
Análisis de varianza**

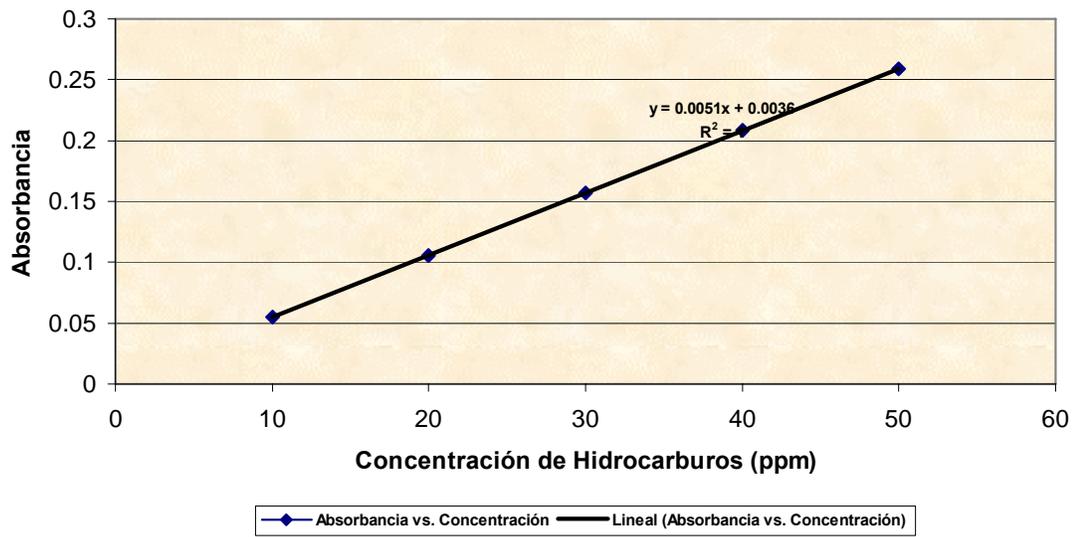
RESUMEN					
Grupos	Cuenta	Suma	Promedio	Varianza	
Corrida 1	32	31.023	0.96946875	0.46239716	
Corrida 2	32	32.274	1.0085625	0.472222899	
Corrida 3	32	31.966	0.9989375	0.437704641	

ANOVA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de los cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Entre grupos	0.02655327	2	0.013276635	0.02902368	0.971402261	3.09434256
Dentro de los grupos	42.5420657	93	0.457441567			
<b>Total</b>	<b>42.568619</b>	<b>95</b>				

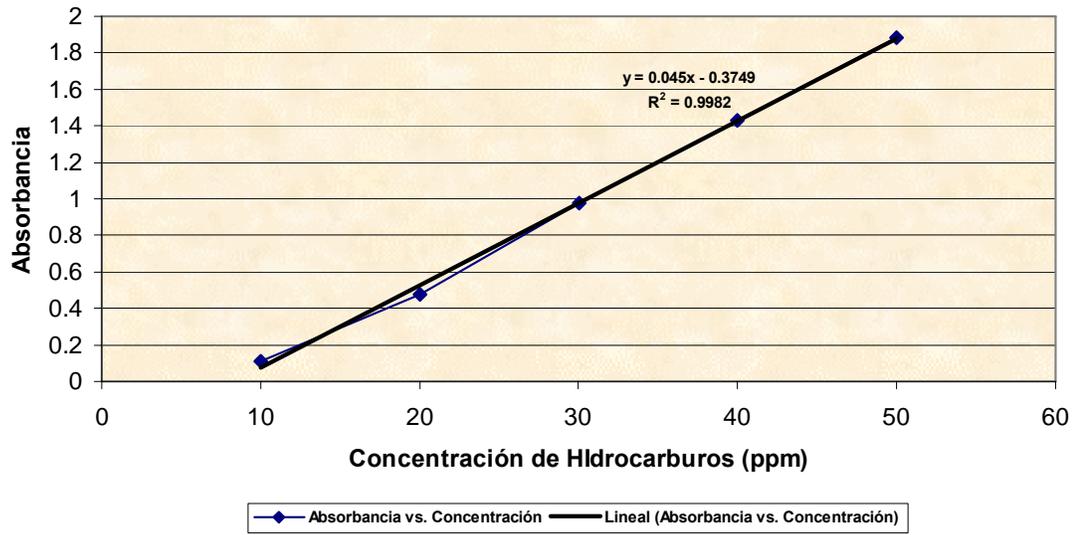
**Figura 1. Curva de Calibración A1**



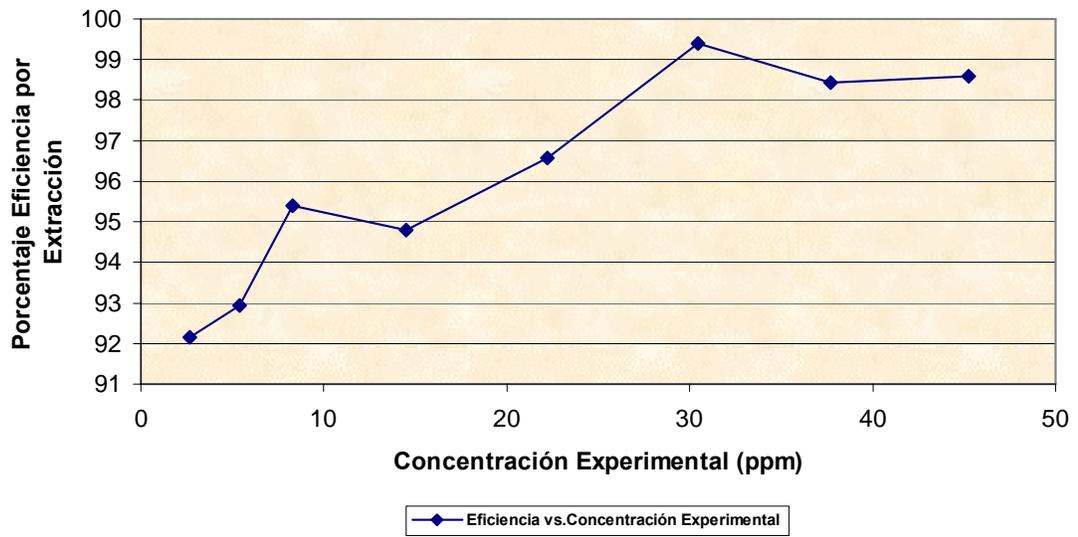
**Figura 2. Curva de Calibración A2**



**Figura 3. Curva de Calibración A3**



**Figura 4. Porcentaje de Eficiencia vs. Concentración Experimental Total de Hidrocarburos**



**Figura 5. Correlación Fracción de Error vs. Concentración Experimental**

