

**Universidad de San Carlos de Guatemala
Centro de Estudios del Mar y Acuicultura**

**Informe final
Práctica Profesional Supervisada**

**Participación en Procedimientos Analíticos de los Laboratorios de
Contaminantes Orgánicos y Metálicos en el Centro para la
Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua -CIRA-
en Managua, Nicaragua**



**Presentado por:
Ana Gabriela Dávila Recinos**

**Para otorgarle el Título de
Técnico en Acuicultura**

Guatemala, febrero del 2015

**Universidad de San Carlos de Guatemala
Centro de Estudios del Mar y Acuicultura**

**Informe final
Práctica Profesional Supervisada**

**Participación en Procedimientos Analíticos de los Laboratorios de
Contaminantes Orgánicos y Metálicos en el Centro para la
Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua -CIRA-
en Managua, Nicaragua**



**Presentado por:
Ana Gabriela Dávila Recinos**

Carné No. 201041363

**Para otorgarle el Título de
Técnico en Acuicultura**

Guatemala, febrero del 2015

Universidad de San Carlos de Guatemala
Centro de Estudios del Mar y Acuicultura

Consejo Directivo

Presidente	M.Sc. Héctor Leonel Carrillo Ovalle
Secretaria	M.A. Olga Marina Sánchez Cardona
Representante Docente	M.B.A. Allan Franco de León
Representante del Colegio de Médicos Veterinarios y Zootecnistas	M.Sc. Adrián Mauricio Castro López
Representante Estudiantil	T.A. Francisco Emanuel Polanco Vásquez
Representante estudiantil	P.F. María José Mendoza Arzu



El Coordinador Académico del Centro de Estudios del Mar y Acuicultura -CEMA-, después de conocer el dictamen del Profesor del curso M.Sc. Erick Roderico Villagrán Colón, al informe de la Práctica Profesional Supervisada, de la estudiante universitaria **Ana Gabriela Dávila Recino**, titulado "Participación en Procedimientos Analíticos de los Laboratorios de Contaminantes Orgánicos y Metálicos en el Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua -CIRA- en Managua, Nicaragua", da por este medio su aprobación a dicho trabajo y autoriza su impresión.

ID Y ENSEÑAD A TODOS


M.Sc. Luis Francisco Franco Cabrera
Coordinador Académico



Guatemala, febrero 2015

ACTO QUE DEDICO

Al Creador	Por darme vida, naturaleza y herramientas para el estudio de la misma, por todas las bendiciones y pruebas que ha puesto en mi camino, las cuales han desarrollado importantes cualidades y lecciones de vida.
A mis padres	Por su apoyo, educación y amor incondicional, por las lecciones de vida que me han dado y su enorme esfuerzo, es una bendición el compartir mi vida con seres tan maravillosos.
A mi familia	Por su cariño y apoyo brindado a lo largo de mi vida a cualquier nivel, por compartir parte de su vida conmigo, los aprecio mucho.
A mis amigos	Por aparecer en el momento indicado, por su apoyo y aceptación.
A mis profesores	Por sus enseñanzas, tanto académicas como de vida, grandes compañeros.
A la Universidad	Por abrir sus puertas y darme todas las oportunidades de crecer profesionalmente.
Al CEMA	Que ha sido mi casa de estudios y mi inspiración a ser alguien de valor profesional.
Al CIRA	Por su apoyo para crecer en mi vida profesional.

AGRADECIMIENTOS

A mi familia, profesores y amigos. Por su apoyo y cariño constante. Son la base sólida de esta gran roca. Sin ustedes no podría vivir este momento.

A la Universidad de San Carlos de Guatemala por ser mi casa de estudios y los pilares del conocimiento.

A la Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua por brindar su espacio físico y por abrirme las puertas para contribuir a mi preparación profesional.

Al Centro de Estudios del Mar y Acuicultura (CEMA), al Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua (CIRA) por sus enseñanzas y preparación en mi vida profesional y personal.

A los laboratorios de contaminantes orgánicos y metálicos por permitirme trabajar con los analistas, por sus enseñanzas, su ambiente laboral agradable y atenciones brindadas.

A la Lic. Norma Castillo, Katerine Vammen, Jorge Cuadra, Gioconda Matus, Karla Sarria, Auxiliadora Guido, Víctor Vado, Josseth Díaz, Leonard Morales, Pedro Molina, Jonathan Herrera, Mariano Guerrero, Silvia Mongalo, María, Jorge Picado y Jenny.

RESUMEN

La Práctica Profesional Supervisada (PPS) se realizó en los laboratorios de contaminantes orgánicos y metálicos del Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua, el cual pertenece a la Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua, en Managua, Nicaragua.

El Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua realiza investigación, docencia y brinda servicios de análisis y diagnóstico a instituciones públicas, agencias del estado y organizaciones no gubernamentales.

El CIRA/UNAN cuenta con parámetros de calidad como calibración metrológica instrumental, uso de métodos aprobados y un control que permita la mejora del sistema de gestión de calidad del centro.

La información presentada en el presente documento se enfoca en los conocimientos adquiridos en dichos laboratorios sobre detección de componentes orgánicos y metálicos en matrices de agua y sedimento.

Durante el período de PPS se realizaron diversas actividades formuladas en un plan de adiestramiento realizado por el jefe de cada laboratorio visitado, entre las cuales cabe destacar:

- a. Cromatografía líquida y de gas, uso de detectores en equipos cromatográficos.
- b. Extracción y análisis de plaguicidas organoclorados y organofosforados.
- c. Extracción y análisis de hidrocarburos aromáticos y totales del petróleo en muestras de agua.
- d. Extracción y análisis de herbicidas triazinas y piretroides.
- e. Espectrofotometría de absorción atómica y sus distintos detectores para determinación de metales.
- f. Análisis de aluminio, arsénico, zinc, mercurio, selenio y antimonio.

ÍNDICE DE CONTENIDO

1. INTRODUCCIÓN	1
2. OBJETIVOS	2
2.1 Objetivo general	2
2.2 Objetivos específicos	2
3. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA UNIDAD DE PRÁCTICA	3
3.1 Ubicación geográfica	3
3.1 Ubicación geográfica	3
3.2 Condiciones climáticas	4
3.3 Zona de vida	5
3.4 Misión del CIRA-UNAN	6
3.5 Visión del CIRA-UNAN	6
3.6 Objetivos del CIRA-UNAN	6
3.7 Metas del CIRA-UNAN	7
3.8 Actividades principales del CIRA-UNAN	7
3.9 Infraestructura del CIRA-UNAN	9
3.10 Equipo	10
4. ASPECTOS ADMINISTRATIVOS	12
4.1 Organigrama del CIRA-UNAN	12
4.2 Cantidad de personal	12
4.3 Calidad del personal	13
4.4 Gestión de la calidad	13
5. ACTIVIDADES REALIZADAS EN LABORATORIO DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS	15
5.1 Análisis de plaguicidas Organoclorados y Organofosforados en muestras de agua	15
5.1.1 Introducción	15
5.1.2 Colecta de muestra	16
5.1.3 Procedimiento	16
5.1.4 Cuantificación	22

5.2 Análisis de hidrocarburos totales del petróleo en muestras de agua	23
5.2.1 Introducción	23
5.2.2 Colecta de muestra	23
5.2.3 Procedimiento	23
5.3 Análisis de herbicidas triazinas en muestras de agua	27
5.3.1 Introducción	27
5.3.2 Colecta de la muestra	27
5.3.3 Procedimiento	28
5.4 Análisis de piretroides en muestras de agua	30
5.4.1 Introducción	30
5.4.2 Colecta de muestra	30
5.4.3 Procedimiento	30
6. ACTIVIDADES REALIZADAS EN LABORATORIO DE CONTAMINANTES	
METALICOS	32
6.1 Fundamento teórico de Determinación por método de Horno de Grafito	32
6.2 Fundamento teórico de Determinación por medio de Generación de Hidruros	32
6.3 Determinación de Muestras de Suelo y Sedimento	33
6.3.1 Fundamento teórico del método	33
6.3.2 Pre Tratamiento	33
6.3.3 Procedimiento	33
6.4 Análisis de Arsénico y Antimonio en Agua por Método de Generación de Hidruros	33
6.4.1 Colecta de muestra	33
6.4.2 Curva de Calibración	34
6.4.3 Procedimiento	34
6.5 Análisis de Arsénico en Sedimento por Método de Generación de Hidruros	35
6.5.1 Curva de Calibración	35
6.5.2 Procedimiento	35

6.6 Análisis de Cinc en Agua por Método de Llama	36
6.6.1 Procedimiento	36
6.7 Análisis de Mercurio en Agua por Método de Vapor Frio	36
6.7.1 Fundamento teórico del método	36
6.7.2 Procedimiento	37
6.8 Análisis de Aluminio en agua en Horno de Grafito	37
6.8.1 Procedimiento	37
6.9 Análisis de Selenio en agua por método de llama	37
6.9.1 Curva de Calibración	37
6.9.2 Procedimiento	37
7. RESULTADOS	38
7.1 Aprendizaje alcanzado	38
7.2 Lecciones aprendidas	41
8. CONCLUSIONES	43
9. BIBLIOGRAFÍA	44
10. ANEXOS	45

ÍNDICE DE CUADROS

Cuadro No. 1- Áreas e infraestructura en el CIRA-UNAN	9
Cuadro No. 2- Destrucciones que lleva cada extracto	20
Cuadro No. 3- Condiciones de Cromatógrafo para organoclorados y organofosforados	22
Cuadro No. 4- Condiciones de cromatógrafo para hidrocarburos	26
Cuadro No. 5- Diferencias entre cromatógrafo de gases y de líquidos	39
Cuadro No. 6- Diferencias entre espectrofotómetro de llama y grafito	40

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura No. 1- Mapa de Nicaragua y vías de acceso a Managua.....	3
Figura No. 2- Mapa de acceso a CIRA-UNAN.....	4
Figura No. 3- Zonas de vida de Centro América (CEPAL, 2012.....	5
Figura No.4- Plano de instalaciones del CIRA-UNAN.....	10
Figura No. 5- Organización del CIRA-UNAN.....	12
Figura No. 6- Muestras en agitadores magnéticos	17
Figura No. 7- Extracción de organoclorados y organofosforados.....	18
Figura No. 8- Extracción de Hidrocarburos	24
Figura No. 9- Limpieza de hidrocarburos en columna.....	25
Figura No. 10- Sistema para extraer triazinas	28
Figura No. 11- Reconcentración de analitos con gas nitrógeno.....	29
Figura No. 12- Extracción de muestras de Piretroides	31
Figura No. 13- Lectura de antimonio	34
Figura No. 14- Muestras y curva de calibración par análisis de Cinc.....	36

1. INTRODUCCIÓN

El Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos en Nicaragua -CIRA- se ubica en la República de Nicaragua, en el departamento de Managua.

El Centro se dedica a brindar servicio de análisis y colecta de muestras, realiza docencia por medio de una maestría en ciencias del agua, asesora en proyectos de investigación y ejecuta estudios de cuerpos de agua en distintos campos.

El CIRA cuenta con 9 laboratorios en donde se realizan análisis en matrices de agua, sedimento e incluso material biológico. Todos los procedimientos analíticos son estandarizados, validados y otros están en proceso de validación.

El Centro se encuentra en mejora constante debido a que cuenta con un control de calidad para asegurar que los resultados sean veraces, esto permite el cumplimiento de los objetivos del centro y la satisfacción del cliente. La acreditación de ensayos y laboratorios del CIRA es el mayor objetivo, para esto se basan en el cumplimiento de estándares internacionales de la norma ISO/IEC 17025:2005 o su equivalente nacional Norma Técnica Nicaragüense NTN 04-001-05. El laboratorio de microbiología es el único que tiene ensayos acreditados.

El laboratorio de contaminantes orgánicos cuenta con cromatógrafo de líquidos, de gases y de masa para analizar plaguicidas organoclorados y organofosforados, hidrocarburos alifáticos y aromáticos policíclicos, insecticidas piretroides, fungicidas, herbicidas triazinas y bifenilos policlorados (PCB's).

El laboratorio de contaminantes metálicos cuenta con espectrofotómetros de absorción atómica, uno de llama y otro con horno de grafito. Los métodos pueden detectar los siguientes elementos: aluminio, arsénico, bario, cadmio, zinc, cobre, cromo, cromo hexavalente, hierro, manganeso, mercurio, níquel, plata, plomo, selenio, mercurio y arsénico en peces.

2. OBJETIVOS

2.1 Objetivo general

Confrontar al estudiante con el ambiente de trabajo de la carrera de Técnico en Acuicultura, a través de una práctica directa, en un contexto institucional o empresarial.

2.2 Objetivos específicos

2.2.1 Proveer al estudiante la oportunidad de participar en actividades reales propias de la acuicultura, pesca y/o manejo de los recursos hidrobiológicos.

2.2.2 Retroalimentar el proceso de enseñanza-aprendizaje del estudiante, mediante la integración de los conocimientos y experiencias teórico-prácticas adquiridas.

2.2.3 Propiciar el desarrollo y ejercicio de los valores morales y éticos del estudiante en el desempeño profesional.

3. DESCRIPCIÓN GENERAL DE LA UNIDAD DE PRÁCTICA

3.1 Ubicación geográfica

El Centro para la investigación de Recursos Acuáticos de Nicaragua se encuentra en el departamento de Managua en la República de Nicaragua.

Límites geográficos: El CIRA se encuentra en el centro de Managua. Al norte se encuentra el lago de Managua, al oeste se encuentra de departamento de León y Océano Pacífico, al sur el departamento de Carazo y mientras que al este se encuentran los departamentos de Masaya y Granada.

Entre las vías de acceso a Managua se encuentra la carretera panamericana, ya que esta carretera une la capital con los departamentos del norte y del sur. La carretera a Masaya es otra vía, la cual une la capital con Masaya y Granada, por último, la carretera a León que une la capital con León y Chinandega.



Figura No. 1- Mapa de Nicaragua y vías de acceso a Managua.

Para llegar al CIRA se puede tomar de referencia la pista de la Universidad Nacional Autónoma de Nicaragua (UNAN), se puede tener acceso por la pista suburbana, Avenida Jerusalén y luego cruzar en la 11a. avenida sureste o avenida Los Robles.

También puede tomarse la avenida Miguel Obando y Bravo y cruzar hacia la avenida principal Los Robles.

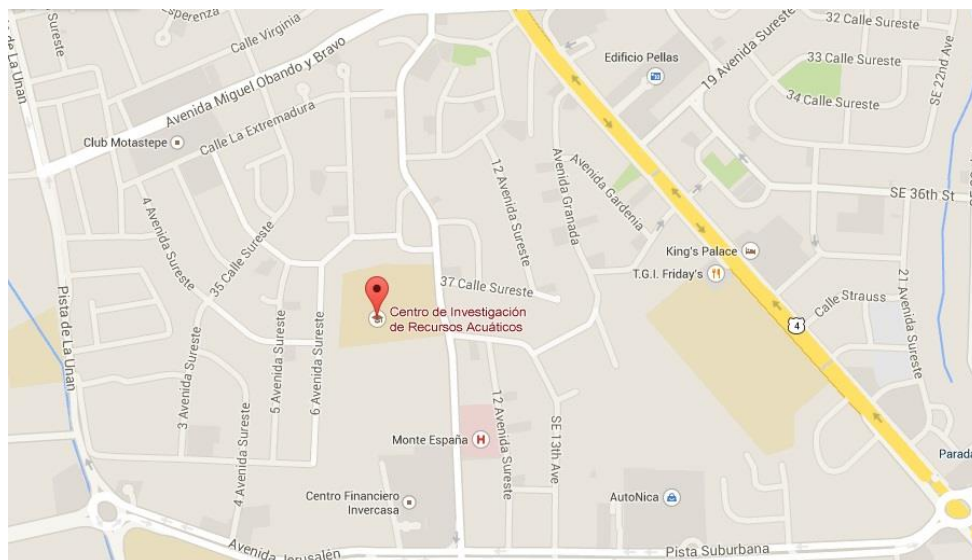


Figura No. 2- Mapa de acceso a CIRA-UNAN.

3.2 Condiciones climáticas

Nicaragua se encuentra bajo influencia de vientos alisios la mayor parte del año, provenientes de los anticiclones subtropicales de las Azores y Bermudas. Estos vientos son constantes, de poca variabilidad y tienen la particularidad de arrastrar masas de aire húmedo del mar caribe hacia el interior del país. Este viento cálido y húmedo penetra por la vertiente del Atlántico hacia la vertiente del pacífico, el cual ejerce un efecto importante sobre el clima del país (INETER, 2005).

En la región del Pacífico y en la cuenca de los lagos (Cocibolca y Xolotlán) el clima es caliente y sub-húmedo con lluvia en verano, se presenta una época seca (noviembre-abril) y otra lluviosa (mayo-octubre). Predominan los días muy cálidos, caracterizados por temperaturas medias superiores a 34°C. La temperatura media anual es de 30°C en la región del pacífico y de 18°C en lugares elevados (INETER, 2005).

La humedad relativa en la región del Pacífico, que es la más seca y cálida presenta valores mínimos anuales de humedad relativa entre 64 y 70% (INETER, 2005).

En el período de 1971-2000 se registró en Managua una precipitación de 1119.8mm y vientos de 1.6 m/s (INETER, 2005).

3.3 Zona de vida

En Nicaragua se encuentran las siguientes zonas de vida.

- Bosque seco tropical.
- Bosque seco montano bajo tropical.
- Bosque húmedo tropical.
- Bosque húmedo montano bajo tropical.
- Bosque muy húmedo tropical.
- Bosque muy húmedo montano bajo tropical.

El bosque seco tropical crece principalmente en la costa pacífico de Nicaragua, como también en la cuenca norte y sur del lago Xolotlán en Managua. (CEPAL, 2012).

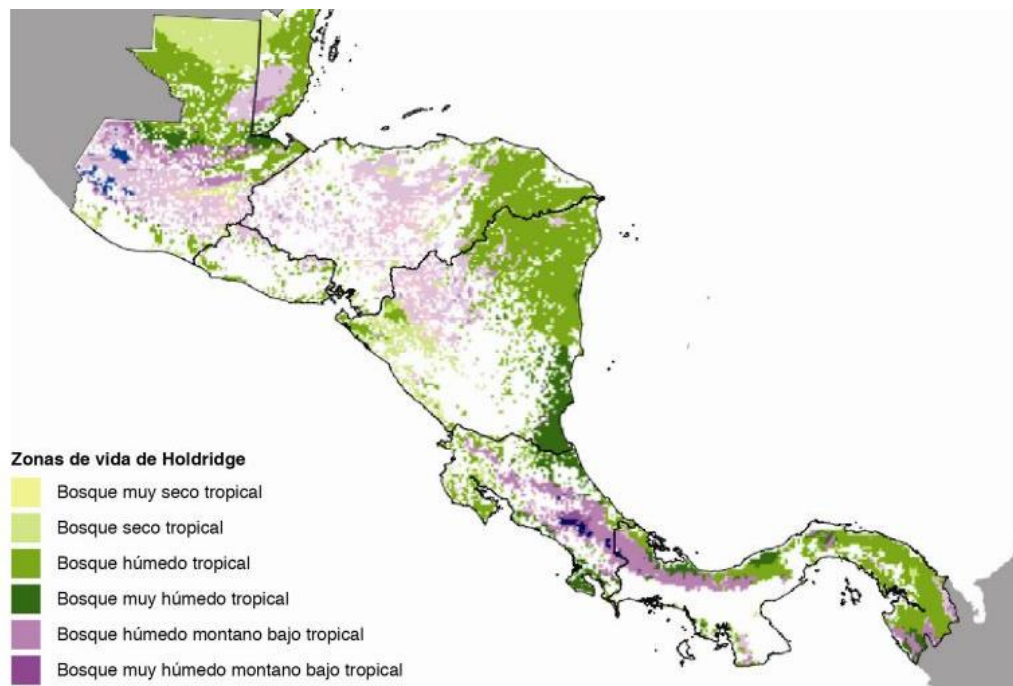


Figura No. 3- Zonas de vida de Centro América. (CEPAL, 2012)

3.4 Misión del CIRA-UNAN

Generar y proveer información científica, desarrollar, adecuar y transferir tecnología limpia, brindar servicios científico-técnicos, capacitar y adiestrar recursos humanos a fin de posibilitar el aprovechamiento racional de los recursos hídricos en función del desarrollo social y económico ambientalmente sostenido (CIRA, 2007).

3.5 Visión del CIRA-UNAN

El propósito más importante del Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua se inspira en los más altos valores éticos de honestidad, profesionalismo, humanismo, trabajo en equipo, responsabilidad, integridad, alta calidad y objetividad de la información científica que produce.

Su visión es ser un centro de excelencia regional en investigación y docencia superior que contribuya y promueva la gestión integrada y sostenida de los recursos hídricos (CIRA, 2007).

3.6 Objetivos del CIRA-UNAN

- ✓ Optimizar la eficiencia como institución de investigación y servicios cumpliendo con los requisitos de la norma ISO/IEC 17025:2005 y su equivalente nacional NTN 04 001-05.
- ✓ Alcanzar y mantener la excelencia y el reconocimiento nacional e internacional en los procesos de investigación, ofertas de servicios y la formación de profesionales a través de la implantación de un Sistema de Gestión de la Calidad en el Centro según la Norma ISO/IEC 17025:2005 y su equivalente nacional NTN 04 001-05.
- ✓ Asegurar en tiempo y forma la entrega de los resultados a nuestros usuarios y/o investigadores, con un alto nivel de confianza, mediante la realización de los ensayos o análisis siguiendo los procedimientos establecidos en cada uno de los laboratorios del CIRA/UNAN y de acuerdo a las normas técnicas nacionales aplicables, garantizando la confiabilidad en las mediciones analíticas por medio de estándares o patrones de tipo nacional o internacional con trazabilidad conocida.

- ✓ Cumplir con los requisitos específicos de nuestros usuarios y/o investigadores y con las normativas legales nacionales, satisfaciendo las necesidades de nuestros clientes en lo relativo a aptitud para el uso, prestaciones, seguridad y fiabilidad del producto (CIRA, 2007).

3.7 Metas del CIRA-UNAN

- ✓ Incrementar las investigaciones, convenios y proyectos realizados por el centro a través del reconocimiento de la eficiencia y calidad de nuestro trabajo.
- ✓ Obtener altos índices de satisfacción por efecto de proyectos de investigación y servicios solicitados de acuerdo a lo establecido en los contratos, así como los compromisos adquiridos por nuestra institución.
- ✓ Resultados satisfactorios en las Auditorias, disminuyendo las no conformidades en la implementación del Sistema de Gestión de la Calidad del Centro.
- ✓ Acreditar todos los ensayos que ejecuta nuestro Centro, evidenciando así nuestra competencia y liderazgo a nivel nacional y regional (CIRA, 2007).

3.8 Actividades principales del CIRA-UNAN

El Centro de Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua se dedica principalmente a brindar servicios de análisis y colecta de muestras de agua a instituciones públicas, agencias del estado, organizaciones no gubernamentales y empresas privadas. También apoyan en proyectos de investigación.

La unidad de ventas y servicios tiene capacidad de:

- Caracterizar, monitorear y valorar la calidad de las aguas naturales y residuales para sus usos y reutilización respectivamente.
- Cuantificar presencia de contaminantes metálicos y orgánicos en aguas naturales, sedimento, suelo y organismos vivos.

- Ejecuta estudios limnológicos de eutrofización y de producción primaria, aplica índices y modelos de predicción relacionada con la calidad y biodiversidad en los cuerpos de agua.
- Determina la seguridad alimentaria a través de la identificación de indicadores y organismos patógenos en agua potable y alimentos.
- Realiza estudios paleolimnológicos y de cambios climáticos usando técnicas nucleares.
- Caracteriza aguas subterráneas y superficiales por medio de isótopos, realiza dataciones con carbono 14 y plomo 210 en perfiles de sedimentos y suelos.
- Ejecuta estudios hidrogeológicos, hidrogeoquímicos y de integridad y vulnerabilidad de acuíferos.
- Valora el riesgo potencial para la salud humana a la exposición por mercurio.
- Brinda asesoramiento y consultoría sobre estimación de impacto ambiental, formulación de propuestas para la gestión integrada de cuencas, evaluación de sistema de tratamiento de aguas, elaboración de propuestas de solución a problemas de tratamiento de agua, valoraciones de comunidades biológicas de aguas epicontinentales, planes de manejo de aguas subterráneas. (CIRA, 2007)

Entre otras actividades que realiza el centro se encuentra la docencia, ya que cuentan con una maestría en ciencias del agua con un plan de estudio de seis módulos que permite al egresado desempeñarse eficientemente en cualquier ámbito respecto a recursos hídricos.

3.9 Infraestructura del CIRA-UNAN

El centro cuenta con un parqueo para clientes y cuatro áreas:

Cuadro No. 1- Áreas e infraestructura en el CIRA-UNAN

Área	Salones que lo conforman
Oficinas	Con área de administración, servicios, cobros y contabilidad.
Área de investigación.	Salón de investigación y desarrollo, coordinación de maestría, laboratorio de hidrogeología, aula de maestría en ciencias del agua, área técnica, aseguramiento y control de la calidad, área analítica, laboratorio de microbiología de aguas naturales.
Área administrativa	Dirección, Sala de docentes, biblioteca
Área de apoyo	Cuarto de lavado de microbiología cuarto de ecología bacteriana, cuarto de reparación y mantenimiento de equipos, servicios sanitarios.
Área de Laboratorios	Laboratorios de extracción y análisis de contaminantes orgánicos, Laboratorios de extracción y análisis de contaminantes metálicos, Laboratorio de aguas naturales, cuarto de destilación, cuarto caliente Laboratorio de aguas residuales, Laboratorio de mercurio ambiental, Laboratorio de hidrobiología, .Laboratorio de radioquímica ambiental, Laboratorio de microbiología.

El CIRA cuenta con dos casetas de vigilancia, caseta de control, comedor, área de máquinas, bodega y caseta de vigilancia. Cabe notar que poseen infraestructura de seguridad específica de laboratorios, como extintores, hidrantes, regadera, etc.

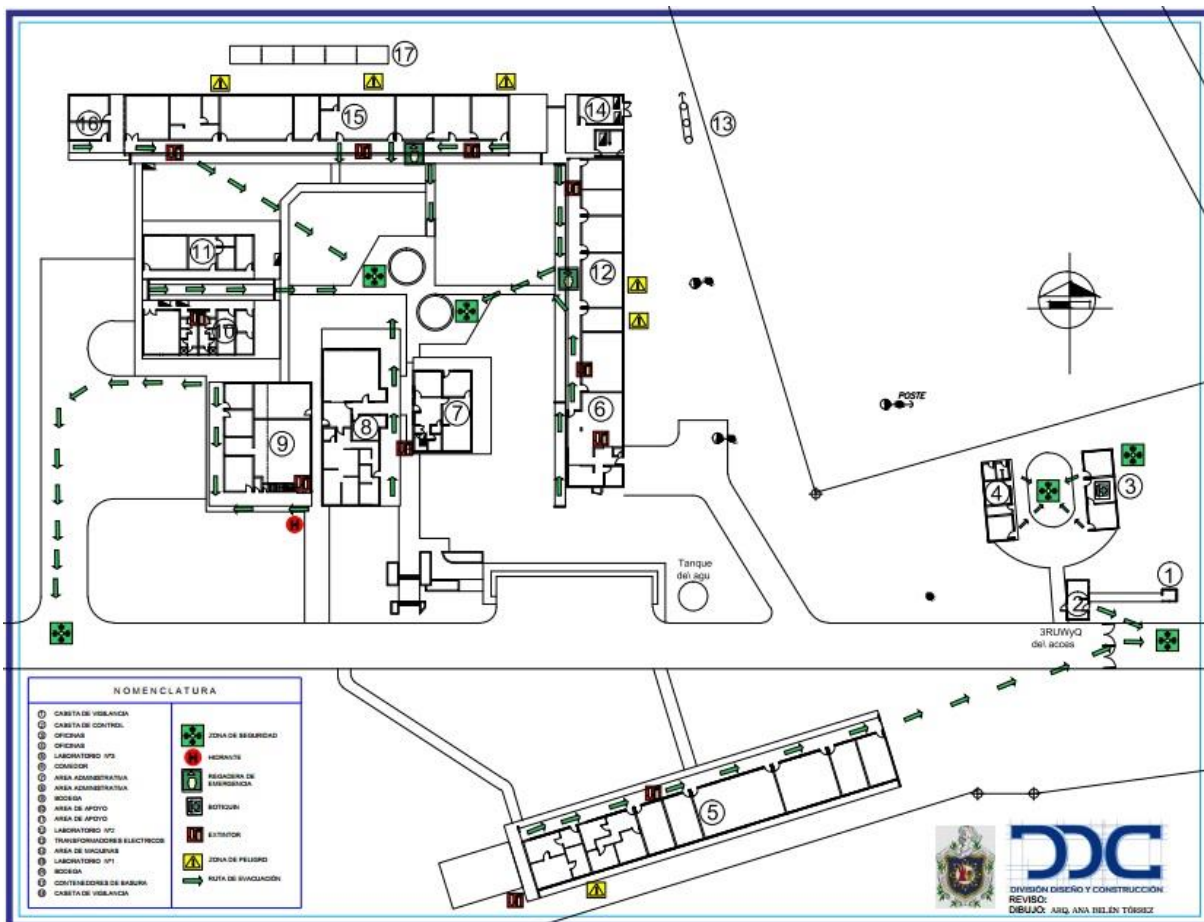


Figura No.4- Plano de instalaciones del CIRA-UNAN.

3.10 Equipo

El laboratorio de contaminantes orgánicos cuenta con el siguiente equipo:

- Cromatógrafo de gas CLARUS 500 GC con automuestreador, generador de hidrógeno, gas nitrógeno ultrapuro para limpieza. Con detector de captura electrónica (ECD), inyector split/splitless, columna DB-5 de 30 m de longitud, 0.32mm de diámetro interno y película de 25µm.
- Cromatógrafo líquido de alta presión (HPLC) marca Merck-Hitachi, modelo D-7000, con columna empacada tipo RP-18, con detector de arreglo de diodos con lámpara UV y visible, también tiene detector de fluorescencia.

- Cromatógrafo de gases VARIAN 3400 con automuestreador Varian 8100, generador de hidrógeno como gas de arrastre, detector de captura electrónica (ECD), inyector split/splitless, columna DB-5 y gas nitrógeno de ultra alta pureza como gas de limpieza.
- Cromatógrafo de gas con generador de hidrógeno y detector fotométrico de llama VARIAN Intralab 3000. Detector termoiónico específico, columna DB-1701, automuestreador Varian 8200 y detector FID
- Cromatógrafo de gas MS/MS/IC Marca VARIAN Modelo GC 450 con detector de masas de trampa de iones.
- 3 campanas de extracción.
- Dos condensadores con rotavapor y baño maría.
- Dos planchas de calentamiento.
- Planchas con agitador magnético.

Matus, G., Díaz, J. & Morales, L. (2014, Octubre). *Equipos utilizados en laboratorio de contaminantes orgánicos*. [Entrevista]. Nicaragua: CIRA-UNAN.

El laboratorio de contaminantes metálicos cuenta con el siguiente equipo:

- 2 espectrofotómetros de absorción atómica VARIAN modelo DUO AA240 FS, uno que trabaja con llama y otro con horno de grafito. Ambos poseen posición de cuatro lámparas.
- Lámparas de cátodo hueco de distintos elementos metálicos.
- Generador de vapor para análisis de hidruros y mercurio modelo VGA 77.
- Planchas de calentamiento.
- Baño maría.
- Campana de extracción.

Altamirano, M. (2014, Noviembre). *Equipos utilizados en laboratorio de contaminantes metálicos*. [Entrevista]. Nicaragua: CIRA-UNAN

4. ASPECTOS ADMINISTRATIVOS

4.1 Organigrama del CIRA-UNAN

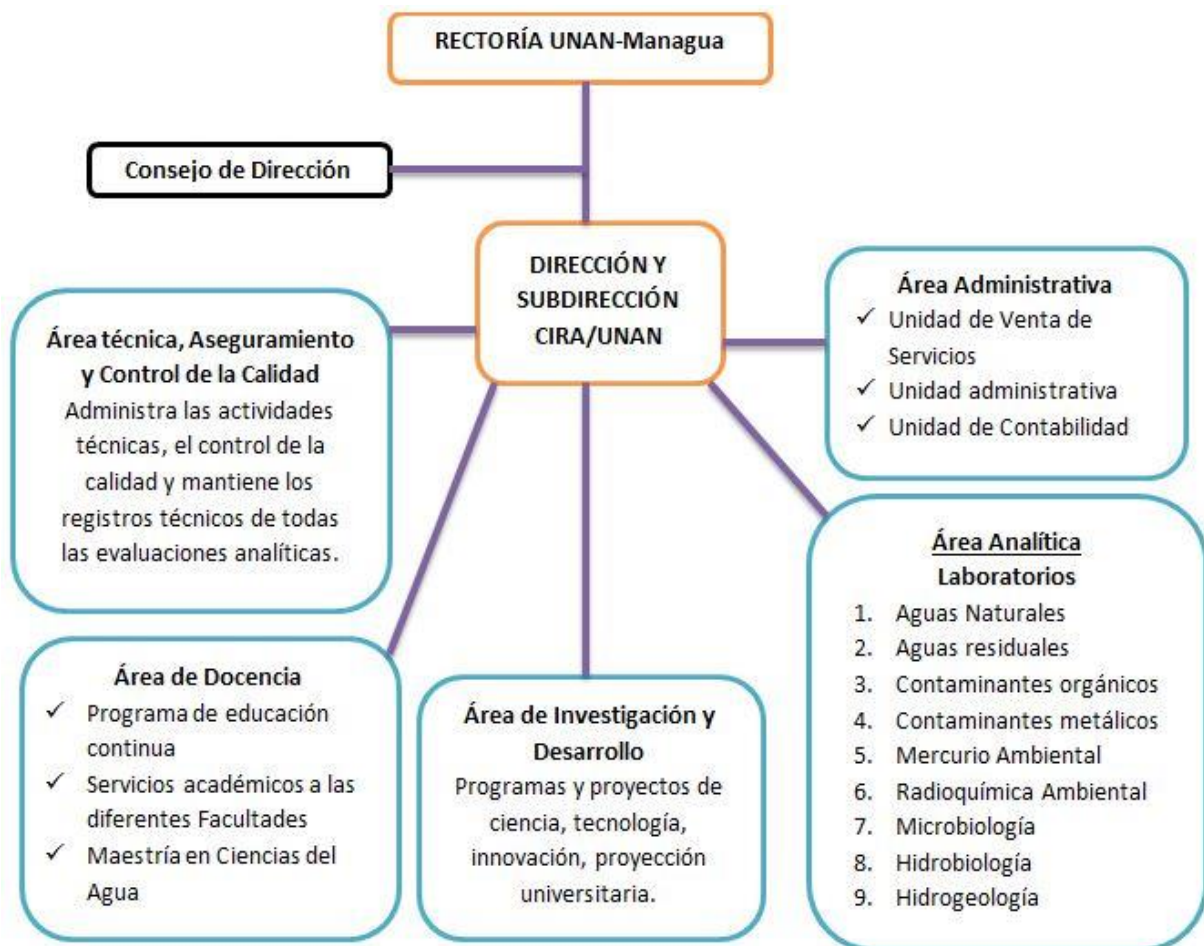


Figura No. 5- Organización del CIRA-UNAN

4.2 Cantidad de personal

En el CIRA la cantidad de personal total es de 130, de los cuales, 40 personas pertenecen al área de docencia y los 90 restantes se les consideran administrativos. Morales, L. (2014, Noviembre). *Cantidad de personal en el CIRA-UNAN*. [Entrevista]. Nicaragua: CIRA-UNAN.

El laboratorio de contaminantes orgánicos cuenta actualmente con diez personas, de las cuales dos son pasantes, uno es auxiliar y otra persona realiza muestreos, pero cuando no tiene salidas de campos apoya en el laboratorio.

El laboratorio de contaminantes metálicos cuenta con cuatro personas, de las cuales una apoya como auxiliar.

4.3 Calidad del personal

Todos los profesionales cuentan con la preparación adecuada en los distintos campos que abarca a la institución, hay biólogos, maestros en bioquímica, licenciados en química pura, maestros en gestión ambiental, etc.

Algunos profesionales han realizado maestrías en el exterior, también reciben cursos y capacitaciones constantes para mejorar cada vez más la calidad del recurso humano.

4.4 Gestión de la calidad

Cada laboratorio cuenta con manuales rigurosos y específicos respecto al funcionamiento de la institución, como de cada laboratorio. Entre los documentos podemos encontrar:

- Manual del Sistema de Gestión de Calidad (MSGC-CIRA).
- Manual de Procedimientos de Gestión de la Calidad del CIRA (MPGC-CIRA).
- Manual del Aseguramiento de Control de Calidad de Laboratorio, el cual pertenece a cada laboratorio (MACCL-LAB).
- Manual de Procedimientos Operativos del Aseguramiento y Control de Calidad de Laboratorio (MPOACCL).
- Manual de procedimientos operativos normalizados (MPON-LAB).

Según la política de calidad del CIRA – UNAN explica que se basan en la mejora continua de su sistema de gestión de calidad, el cual le permite brindar un servicio eficiente a los

investigadores e instituciones, para lograr esto, cumplen con los requisitos de la Norma Técnica Nicaragüense NTN 04 001-05 y leyes ambientales.

Entre los componentes de aseguramiento de control de calidad se puede mencionar primordialmente al personal calificado que promueve la eficiencia de la institución, esto se logra con capacitaciones continuas, adiestramientos, supervisión continua, evaluaciones de competencia y desempeño. Al personal se le exige firmar una carta de confidencialidad en donde se prohíbe la divulgación de resultados; también existen reglas respecto al manejo de la información en bitácoras para poder tener una trazabilidad en el proceso de análisis de muestras.

Otro de los componentes importantes son los equipos con los que cuentan los laboratorios, cada uno de ellos tiene un manual de uso, mantenimiento, calibración y control, así como personal preparado para el manejo de los mismos. Los equipos de medición, estándares y material de referencia son revisados constantemente para asegurar su exactitud, cada equipo y material se verifica antes de su utilización.

Los procedimientos analíticos que se utilizan en el centro son estandarizados, validados o en proceso de validación. La calidad de los resultados se respalda con los procedimientos de control de calidad, que permiten la verificación de la validez del proceso analítico, tales como: uso de duplicados, muestras fortificadas, muestra de control, blanco, interferencias, patrones secundarios, etc.

El sistema de calidad de cada laboratorio establecido permite verificar y registrar tendencias de resultados mediante estadística, esto para confirmar los resultados generados. Si se obtiene un resultado insatisfactorio se registra como trabajo no conforme y se trazan acciones conforme al problema.

Matus, G. (2014, Octubre). *Equipos utilizados en laboratorio de contaminantes orgánicos*. [Entrevista]. Nicaragua: CIRA-UNAN.

5. ACTIVIDADES REALIZADAS EN LABORATORIO DE CONTAMINANTES ORGÁNICOS

Se analizaron aproximadamente 77 muestras de agua de pozo, ríos y grifos, lago de Managua y Nicaragua. Los análisis fueron realizados para empresas privadas, un proyecto de Taiwán y monitoreo de personas particulares cercanas a áreas de posible contaminación.

5.1 Análisis de plaguicidas Organoclorados y Organofosforados en muestras de agua.

5.1.1 Introducción

En la década de los 60's y 70's en Nicaragua se utilizaron insecticidas con compuestos organoclorados, organofosforados y toxafeno debido a que tenían cultivos de algodón, los cuales eran atacados por plagas. Compuestos como el dicloro difenil tricloroetano (DDT) se metabolizan por lo que los insectos se volvían resistentes, por lo que se fueron creando insecticidas cada vez más fuertes.

Los compuestos organoclorados son insolubles en agua y suelen adherirse a los sedimentos, mientras que los compuestos organofosforados son solubles en agua y se degradan rápidamente en el aire. La mayoría de los compuestos tienen cierto grado de toxicidad para el consumo humano, así como para poblaciones de organismos acuáticos.

Este método analítico tiene una extracción líquido-líquido y aplica para agua potable, subterránea, superficial, de mar con alto y bajo contenido de materia orgánica disuelta. El límite de detección del método se define como la cantidad mínima calculada estadísticamente; para compuestos organoclorados es de 0.009 a 8.70 ppt y para compuestos organofosforados es de 15 a 100 ppt.

Se leen los analitos en un cromatógrafo de gases con columna capilar como fase estacionaria y gas inerte como fase móvil, La gradiente de temperaturas permite detección de los diferentes compuestos presentes debido al punto de ebullición de los mismos.

Los compuestos organoclorados que analiza este método son:

- α -BHC
- β - BHC
- δ - BHC
- Lindano
- Heptacloro
- Aldrín
- Heptacloro - epóxido
- α - endosulfano
- β - endosulfano
- Dieldrín
- pp-DDE
- pp-DDD
- pp-DDT
- Endrín
- Toxafeno

Los compuestos organofosforados que analiza el método son:

- Co-ral
- DEF
- Diazinón
- Etil-paratión
- Etión
- Fentión
- Forate
- Guti3n
- Malatión
- Metil-paratión
- Mocap
- Terbufos
- Zolone

5.1.2 Colecta de muestra

Se toma la muestra en botellas de 5 litros previamente enjuagadas con hexano. Se preserva la muestra con 50 ml de hexano y en frio hasta su análisis.

5.1.3 Procedimiento

1. Se tiene la muestra y su duplicado en botella de 5 litros. Se usan otras cuatro botellas que serán utilizadas como blanco, agregado de organoclorados, agregado de organofosforados, agregado toxafeno de 408 ppb.

2. Las botellas se llenan con 5 litros de agua del grifo, la botella de agregado toxafeno se llena con 5 litros de agua destilada, debido a un problema de porcentaje de recobro.
3. A cada botella se le vierte 50 ml de hexano.
4. Se realiza una solución con relación 1:1 de metil tert butil éter (MTBE) y hexano, con volumen de cada compuesto de 60 ml para formar un total de 120 ml por botella. Esta solución se hace en este caso para 6 botellas, por lo que se debe tener un volumen total de 720 ml de la solución.
5. Se deben fortalecer todas las botellas con los siguientes estándares internos:
 - El blanco se fortifica con la solución CIRA de 50 PPB.
 - El agregado de organoclorado se fortifica con 1 ml de estándar organoclorados.
 - El agregado de organofosforados se fortifica con 1 ml de estándar organofosforados.
 - El agregado de toxafeno se fortifica con 2 ml de estándar toxafeno de 1020 PPB.
 - La muestra y su duplicado se fortifican con 1 ml de solución de trabajo de Hexaclorobenceno (HCB) de 50 PPB.
6. Las soluciones enriquecidas se agitan por 3 horas en una plancha con agitador magnético para que el solvente capte todos los analitos.



Figura No. 6- Muestras en agitadores magnéticos

7. Por aparte se preparan soluciones estándar de menor concentración que se inyectarán junto con las muestras en volumen de 1 ml.
 - Se toma 1 ml de solución de trabajo HCB de 50 PPB, se le agrega 1 ml de solución CIRA, se afora a 5 ml con hexano.
 - Se toma 1 ml de solución de trabajo HCB, se le agrega 1 ml de estandar toxafeno y se afora a 5 ml con hexano.
 - Se toma 1 ml de solución de trabajo HCB, se le agrega 1 ml de estándar organofosforados y se afora a 5 ml con hexano.
8. Al pasar las 3 horas de agitación se vierte agua a las botellas de 5 litros para subir la capa orgánica y se facilite la extracción. Cabe notar que al recipiente que contiene los organofosforados se les debe agregar agua destilada.
9. Se toman balones de 250 ml con embudo, el cual contiene lana de vidrio y sulfato de sodio.
10. Con una pipeta pasteur se extrae la capa orgánica del recipiente de 5 litros, se agrega más agua para facilitar la extracción, por último se sube la capa con hexano para diluir lo poco que queda del extracto. Puede ayudarse de último con un tubo de ensayo para extraer lo máximo posible.
11. Por último se agrega un poco de hexano al embudo para arrastrar lo que haya quedado atrapado en el extracto.

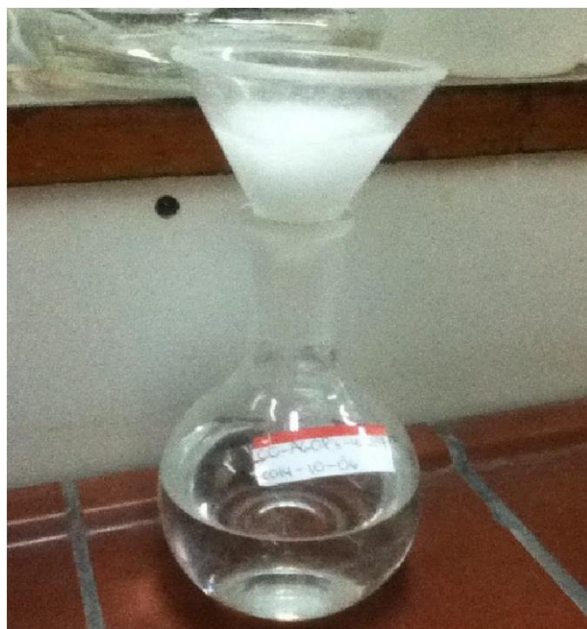


Figura No. 7- Extracción de organoclorados y organofosforados

12. El extracto del balón se pasa a reconcentrar de 200 ml a 3 ml en un sistema que comprende un baño maría a 35°C, un rotavapor y un condensador.
13. Luego de reconcentrar, se traslada el extracto a tubos de ensayo, el balón del cual se extrae debe lavarse 3 veces con hexano (2 pipetazos en cada lavada) para evitar pérdida del analito.
14. Los tubos se reconcentran a 2 ml con gas nitrógeno.

Preparación de material de destrucción de azufre

Solución de Tetra butil amonio hidrosulfato (TBA): se utilizan 120 ml de agua extractada ultrapura y se le añaden 20 ml de hexano, pasan por embudo de separación 3 veces y se agita por dos minutos, se agregan 3.39 gr de TBA y se satura con 25 gr de sulfito de sodio.

Proceso de Destrucción de Azufre

15. A los tubos reconcentrados de 2 ml del paso 14 se les agrega 1 ml de 2-propanol para ionizar las familias de azufre que podrían contenerse en esa solución.
16. Se le agrega 1 ml de TBA y una cucharadita de catalizador (sulfito de sodio), esto forma una hidratación de alquenos.
17. Se agita 1 minuto cada tubo. El sulfito no debe disolverse, de lo contrario debe agregarse más y volver a agitar.
18. Se agregan 4 ml de agua extractada ultrapura. Esto con el fin de separar los compuestos azufrados que quedan en la fase inorgánica, dejando aparte los compuestos orgánicos.
19. Se centrifuga 3 minutos a 3000 rpm. Luego de este proceso se transforma completamente el azufre.
20. Se realiza la primera extracción de la parte orgánica con hexano y se coloca en un nuevo tubo de ensayo.
21. Se repite el proceso de agitar un minuto y centrifugar 3 minutos a 300 rpm.
22. Se realiza segunda extracción.
23. Se repite el proceso de agitar un minuto y centrifugar 3 minutos a 300 rpm.

24. Se realiza tercera extracción.

25. De la extracción que quedó se reconcentra a 0.5 ml con gas Nitrógeno, se afora a 1 ml con hexano y se coloca en tubos pequeños para las siguientes destrucciones:

Cuadro No. 2- Destrucciones que lleva cada extracto.

Destrucción Ácida	Destrucción Alcalina	Natural	Observación
Muestra	Muestra	Muestra	-----
Duplicado	Duplicado	Duplicado	-----
Blanco	Blanco	Blanco	-----
Agregado OCl.	Agregado OCl	-----	-----
-----	-----	Agregado OP's	No soporta presencia de compuestos ácidos o alcalinos.
-----	Agregado Toxafeno 408 PPB	-----	No se realiza ácida, porque pierde compuesto. Se hace un tubo pequeño con agregado toxafeno (400µl)

Proceso de Destrucción Ácida:

26. En otro tubo, se vierte un poco de hexano y se trasladan 200 µL del extracto reconcentrado, se agita un poco para tomar el excedente que haya quedado en las paredes de dicho tubo.

27. Se agregan 2 ml de hexano y 2 ml de ácido sulfúrico concentrado al tubo con extracto.

28. Se agita por un minuto, luego centrifugar por 3 minutos a 3000 rpm.

29. Realizar primera extracción.

30. Al tubo del cual se extrae se le agregan 2 ml de hexano.

31. Se agita por un minuto, se centrifuga por 3 minutos a 3000 rpm.

32. Realizar segunda extracción.

33. Evaporar con gas nitrógeno hasta reconcentrar a 0.5 ml.
34. Aforar a 1 ml con hexano.
35. Pasar a vial.

Preparación de Material para Destrucción Alcalina

Reactivo No. 1: Se toma 1 ml de agua ultrapura y se le agregan 2 gr de hidróxido de potasio. Luego se agrega 19 ml de alcohol etílico absoluto, grado reactivo. Esta solución tiene tiempo de vida de 24 horas.

Reactivo No. 2: Se pesan 11.7 gr. De cloruro de sodio y se le agrega 6.74 ml de ácido fosfórico concentrado 85% puro.

Proceso de destrucción alcalina:

36. Se toman 200µl del extracto, se agregan 2 ml de hexano y 2 ml de reactivo No. 1.
37. Se agita 1 minuto, se coloca en baño maría a 45°C por 30 minutos y luego dejar enfriar.
38. Se agrega 4 ml de reactivo No. 2.
39. Se agita 1 minuto, se centrifuga 3 minutos a 3000 rpm.
40. Se extrae fase orgánica.
41. Se agita 1 minuto y se centrifuga 3 minutos a 3000 rpm.
42. Evaporar con nitrógeno gas a 0.5 ml, aforar a 1 ml en otro tubo.
43. Trasladar a vial.
44. Para los naturales únicamente se traslada 1 ml de extracto a viales.
45. Se programa e inyecta en Cromatógrafo de gas CLARUS 500 con detector de captura electrónica CG-ECD.

Cuadro No. 3- Condiciones de Cromatógrafo para organoclorados y organofosforados.

Temperatura de inyector	250 °C
Temperatura de detector	350 °C
Volumen de inyección	1µl/75 seg.
Programa de gradiente de temperatura	
1. 4 °C/min hasta llegar a 200 °C 2. 3 °C/min hasta llegar a 230 °C 3. 15 °C/min hasta llegar a 250 °C	
Tiempo de corrida	47.33 minutos.

5.1.4 Cuantificación

Al imprimirse el cromatograma y la lista de datos de lectura se inicia la cuantificación. Los picos indican la posible presencia de un compuesto detectado, por lo que cada pico tiene un área y un tiempo en el cual fue leído. Para confirmar la presencia se debe comparar el área y el tiempo de lectura entre estándar interno (BHC) con las muestras ácidas, alcalinas y naturales.

Primeramente se restan los tiempos de lectura, el resultado no debe sobrepasar los ± 0.03 minutos, si sobrepasa es porque el compuesto no se encuentra presente en las muestras. Si el resultado entra en el rango de tiempo se saca el porcentaje de recobro de las soluciones ácidas, alcalinas y naturales.

Otra cosa que se debe tener en cuenta con respecto a los resultados de muestras naturales, con destrucción ácida y alcalina, es que algunos compuestos se detectan en cierto tipo de medio, por lo que es otra manera de confirmación de presencia de analitos.

5.2 Análisis de hidrocarburos totales del petróleo en muestras de agua.

5.2.1 Introducción

La técnica de análisis de hidrocarburos totales se realiza en base a metodologías de las oficinas de la EPA adaptado al laboratorio de contaminantes orgánicos, el método utilizado es el 8015. Se detectan los compuestos alifáticos desde el decano ($C_{10}H_{22}$) al tetracontano ($C_{40}H_{82}$) en el orden par, es decir, en total se analizan 16 compuestos alifáticos. En cuanto a los hidrocarburos policíclicos aromáticos (PAH's) puede detectar acenafteno, acenaftileno, atraceno, benzo α -antraceno, venzo α -pireno, dibenzo α -antraceno, pireno, naftaleno, fenantreno, fluoranteno y fluoreno.

La importancia del análisis de hidrocarburos radica en los procesos de industrias petroleras ya que los descuidos humanos pueden provocar contaminación en cuerpos de agua superficiales o subterráneos por medio de infiltración en el suelo.

Cabe notar que el proceso de extracción es líquido-líquido y que se lee en cromatógrafo gases, con columna capilar como fase estacionaria y gas hidrógeno como fase móvil.

5.2.2 Colecta de muestra

La muestra y su duplicado deben ser de volumen de 1 litro. Se preserva con 5ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 50% y se conserva frio hasta su análisis.

5.2.3 Procedimiento

1. El control de calidad exige que se tengan las siguientes soluciones en embudos de separación de 2 litros:

- ✓ Muestra.
- ✓ Muestra duplicada.
- ✓ Blanco TPH.
- ✓ Agregado-TPH.

2. A todas las soluciones se les agrega 60 ml de diclorometano.
3. A todas las soluciones se les agrega 400 μ L de estándar interno (orto-terfenil).
4. Al embudo que contiene el Agregado-TPH se agrega 1 ml de solución de trabajo con hidrocarburos totales recuperables del petróleo TRPH de 2 ppm y se le agrega 1 ml de mezcla de hidrocarburos policíclicos aromáticos PAH's 2ppm.
5. Se preparan balones esmerilados de 250ml y embudos para filtrar. Se coloca el embudo en el balón y en el cuello se le agrega fibra de vidrio, luego sulfato de sodio para filtrar la humedad contenida en la muestra y demás soluciones.
6. Se agitan 3 minutos todos los embudos con sus contenidos.
7. Se dejan 10 minutos para que queden dos capas, arriba la acuosa y abajo la que contiene los hidrocarburos, si se forma una emulsión porque la muestra venía con materia orgánica se agita con una varilla.
8. Realizar extracción.



Figura No. 8- Extracción de Hidrocarburos.

9. Se vuelven a agregar 60 ml de diclorometano a todos los embudos.
10. Se vuelve a agitar 3 minutos y se esperan 10 minutos.
11. Se realiza la segunda extracción.
12. Se vuelven a agregar 60 ml de diclorometano a todos los embudos.
13. Se vuelven a agitar 3 minutos y se esperan 10 minutos.
14. Se realiza la tercera extracción.

Si existe demasiada materia orgánica se toma un embudo de separación de menor volumen y se saca la capa de emulsión, esto permite realizar una separación más eficiente, se enjuaga con diclorometano y se extrae nuevamente.

15. Se vierte diclorometano a los embudos para retirar excedentes, quedando ya todo el extracto en los balones de 250 ml.
16. Se reconcentran las soluciones de los balones esmerilados de 250 ml en el rotavapor a 3 ml.
17. En tubos aparte se coloca un poco de hexano, se vierte el contenido de cada balón reconcentrado a un tubo de ensayo y se lava 3 veces con hexano, cada lavada lleva dos pipetazos de hexano.
18. Los tubos con el extracto se reconcentran en gas Nitrógeno a 0.5 ml, luego se aforan a 1 ml con hexano.
19. Se preparan las columnas para la limpieza de muestras pesando 5 gr de sílica gel activada (SiO_2) para cada muestra, se colocan en buretas y se le dan unos golpes a la bureta para compactar la sílica en la columna.
20. Se agrega una cucharada de sulfato de sodio en cada columna.



Figura No. 9- Limpieza de hidrocarburos en columna

21. Se agregan 20 ml de diclorometano para limpiar cualquier impureza en bureta, sílica o en sulfato de sodio.
22. Cuando esté por secarse el diclorometano, se agregan 30 ml de hexano en 3 fracciones de 10 ml para arrastrar el diclorometano en la columna. Se pueden usar hasta 50 ml de hexano.
23. Se vierte el extracto de 1 ml en la bureta, seguido de esto se agregan 20 ml de hexano para obtener la fracción 1 en un balón.
24. Se agrega a la bureta 20 ml de diclorometano y se toma en otro balón obteniendo la fracción 2.
25. Se agrega gas nitrógeno a la bureta para descartar el solvente restante.
26. La fracción F1 y F2 se reconcentran en rotavapor a 35°C y 89 rpm a 3 ml.
27. Se pasa a tubos de ensayo y se lava 3 veces con 2 pipetazos de hexano en cada lavada.
28. Se reconcentra a 0.5 ml con gas Nitrógeno.
29. Se afora a 1 ml y se coloca en vial de 8mm.
30. Se lleva a cromatógrafo de gases VARIAN 3400 para su posterior inyección. El cromatógrafo se limpia con hexano y se programa el cromatógrafo para la lectura de muestras.

Cuadro No. 4- Condiciones de cromatógrafo para hidrocarburos

Temperatura de columna	35°C
Temperatura inicial de inyector	50°C
Temperatura de detector	320°C
Tiempo de corrida	34.16 minutos

5.3 Análisis de herbicidas triazinas en muestras de agua.

5.3.1 Introducción

El uso de herbicidas triazinas es ampliamente usado para eliminar malezas, pero con el tiempo se han vuelto resistentes por lo que su uso es mayor o su concentración, lo cual puede dañar al ambiente ya que algunos compuestos pueden ser persistentes o tóxicos.

El método de extracción es sólido líquido, se leen las muestras en HPLC, cabe notar que en éste método se usa cromatografía líquida, por lo que el solvente utilizado, el flujo y la presión determina la lectura de analitos.

Existen dos estándares de cuantificación para este método:

- Mezcla de 8 triazinas [450 ppb] en volumen de 1 ml.
- Mezcla de 4 triazinas [450 ppb] en acetonitrilo.

Los compuestos que se analiza este método son:

- | | |
|-----------------|--------------|
| ○ Simazina | ○ Prometrina |
| ○ Atraton | ○ Terbutrina |
| ○ Atrazina | ○ Cianazina |
| ○ Prometon | ○ Propazina |
| ○ Ametrina | ○ Secbumetón |
| ○ Terbutilazina | ○ Simetrina |

5.3.2 Colecta de muestra

Se toma 1 litro de muestra y no lleva ninguna solución preservante, únicamente se mantiene fría hasta su análisis.

5.3.3 Procedimiento

Se tiene la muestra, su duplicado (si se tiene) y dos agregados:

- Agregado de 8 triazinas: 1 litro de agua con 1ml de mezcla de 450 ppb de 8 triazinas.
 - Agregado de 4 triazinas: 1 litro de agua con 1 ml de mezcla de 450 ppb de 4 triazinas.
1. Se pasa la muestra por filtro de microfibras de 47mm de diámetro para eliminar cualquier suciedad, esto con ayuda de un kitasato, embudo de filtración al vacío, cuerpo con placa porosa para membranas y pinza de sujeción de aluminio anodizado, el cual está conectado por mangueras a una bomba.



Figura No. 10- Sistema para extraer triazinas

2. Se cambia de filtro de microfibras a un extractor de fase sólida (disco C-18) y se vierten 10 ml de etil acetato, esta acción se realiza 3 veces para acondicionar el disco y para evitar cualquier contaminación.
3. Luego se vierten 15 ml de metanol como un acondicionamiento, ya que este solvente es más polar que etil acetato
4. Se agregan 20 ml de agua ultrapura y se deja una pequeña capa para que el disco no quede seco.

5. Se agrega la muestra y se realiza la extracción, el analito queda en fase sólida.
6. Se deja secar el extractor de fase sólida.
7. Para realizar la extracción se coloca un tubo dentro del kitasato y se vuelve a armar el sistema.
8. Se agregan 20 ml de acetonitrilo para que las triazinas pasen al tubo en este solvente orgánico.
9. Se agregan 15 ml de etil acetato.
10. Se agregan 10 ml de diclorometano.
11. Se agregan 10 ml de mezcla de etil acetato y diclorometano relación 1:1.
12. Se agregan 10 ml de acetonitrilo para un enjuague final.
13. El extracto se coloca en rota vapor para reconcentrar a 3ml, luego se le agregan 20 ml de acetonitrilo y se vuelve a reconcentrar.
14. Se transfiere el extracto a tubos de 12 ml lavando el balón con acetonitrilo.
15. Se reconcentra el tubo a 0.5ml con gas nitrógeno.



Figura No. 11- Reconcentración de analitos con gas nitrógeno.

16. Se afora a 1 ml y se coloca en vial.
17. Se lee en cromatógrafo HPLC.

5.4 Análisis de piretroides en muestras de agua.

5.4.1 Introducción

Los piretroides generalmente son usados como insecticidas, ha existido resistencia a los compuestos. En el humano puede causar toxicidad en el sistema nervioso central y periférico, también puede causar dermatitis, reacciones respiratorias alérgicas y en gran medida, dificultad respiratoria, temblores, entre otros.

En este análisis se realiza extracción líquido – líquido y los compuestos que detecta el método son:

- Permetrina-Cis
- Permetrina-Trans
- Cipermetrina

5.4.2 Colecta de muestra

Se toma la muestra en botella de 1 litro y se preserva con 20 ml de hexano y se mantiene fría hasta su análisis.

5.4.3 Procedimiento

1. Se tiene la muestra y su duplicado, se deben preparar las botellas de blanco y de agregado de cipermetrina.
2. Se vierte el contenido de las muestras en un embudo de separación de 2 litros.
3. Se preparan los balones en donde se recibirá la extracción con embudos que contienen lana de vidrio y sulfato de sodio.
4. Las muestras del embudo se contaminan con el estándar interno de cuantificación.
5. Se agregan 60 ml de diclorometano a cada embudo, se agita por 3 minutos, se deja reposar y se extrae. Esta acción se realiza 3 veces.



Figura No. 12- Extracción de muestras de Piretroides

6. Se reconcentran en rotavapor a 3 ml, se le realiza cambio de solvente con 20 ml de hexano y se vuelve a reconcentrar a 3 ml.
7. Se transfiere el extracto reconcentrado a tubo de ensayo lavando con hexano 3 veces con 2 pipetazos por lavada.
8. Se reconcentra la muestra a 2 ml con gas Nitrógeno.
9. Se realiza destrucción de azufre:
 - a. Se agrega 1 ml de 2-propanol + 1 ml de TBA +100mg de sulfito de sodio + 4 ml de agua extractada.
 - b. Se agita y seguidamente se centrifuga 3 veces.
10. Se reconcentra a 0.5ml con gas Nitrógeno.
11. Se afora a 1 ml con hexano.
12. Se traslada a vial.
13. Se lleva a cromatógrafo de gases VARIAN 3400 para su posterior inyección. El cromatógrafo se limpia con hexano y se programa el cromatógrafo para la lectura de muestras.

6. ACTIVIDADES REALIZADAS EN LABORATORIO DE CONTAMINANTES METÁLICOS

6.1 Fundamento teórico de Determinación por Método de Horno de Grafito

Es una técnica analítica donde un volumen fijo de muestra es calentada electrotérmicamente, generándose una población de átomos libres de manera que la absorción atómica pueda ser medida.

Esta es realizada generalmente en 3 etapas:

- Secado: Solvente se remueve de la muestra.
- Mineralización: Remueve moléculas orgánicas e inorgánicas.
- Atomización: Compuesto metálico es atomizado y absorbe una cantidad de energía emitida por una lámpara de cátodo hueco, produciéndose una señal.

El horno de grafito se usa para determinar muchos metales a concentraciones extremadamente bajas (ppb).

6.2 Fundamento teórico de Determinación por Método de Generación de Hidruros

Consiste en la generación de hidruro con un reductor a partir de uno de sus estados de valencia.

Con este objetivo las muestras son sometidas a digestión bajo condiciones fuertemente oxidantes con ácido clorhídrico concentrado, llevando al metal al estado máximo de oxidación. Una vez en este estado es reducido con yoduro de potasio en medio ácido y luego una segunda reducción con borohidruro de sodio en medio ácido, hasta formar el hidruro del metal. Este hidruro gaseoso es pasado sobre una llama de aire-acetileno de espectrofotómetro de absorción atómica. Esta técnica se usa para arsénico y selenio.

6.3 Determinación de Muestras de Suelo y Sedimento

6.3.1 Fundamento teórico del método.

Consiste en la digestión del metal total presente en muestra de suelo o sedimento con agua regia (solución fuertemente ácida como HCl o HNO₃) por una hora a 80°C, el metal digerido es medido por técnica convencional de espectrofotometría de llama.

Esta técnica aplica para cadmio, cinc, cobre, cromo, níquel y plomo.

6.3.2 Pre Tratamiento

Se toman 20 gramos de muestra en platos o bandejas plásticas para evaporar el agua a temperatura ambiente, se masera hasta obtener un polvo fino y por último se tamiza.

6.3.3 Procedimiento

Se pesan 1.5 gramos de suelo (varía cantidad según método) y se colocan en balón de 100 ml, se agregan 1.5 ml de ácido nítrico concentrado y 4.5 ml de ácido clorhídrico concentrado, se agita suavemente. Se calienta en baño maría a 80°C por una hora, se deja enfriar a temperatura ambiente, se afora con agua deionizada y se deja sedimentar. Se realiza curva de calibración y se lee en espectrofotómetro de absorción atómica.

6.4 Análisis de Arsénico y Antimonio en Agua por Método de Generación de Hidruros

6.4.1 Colecta de muestra

Se toma 1 litro de muestra y se le agregan 2 ml de ácido nítrico HNO₃ concentrado

6.4.2 Curva de Calibración

La curva de calibración se realiza de solución estándar de 100 ppb. Se toman 2.5, 5, 10 y 15 ml de solución estándar, se llevan a matraces de 100 ml y se les agregan 10 ml de ácido clorhídrico concentrado y 5 ml de agua deionizada a cada matraz. NO AFORE.

Para el blanco se toman 50 ml de agua deionizada, se vierte en matraz de 10 ml y se le agregan 10 ml de ácido clorhídrico concentrado, afore a 100 ml.

6.4.3 Procedimiento

1. Se toman 100 ml de muestra.
2. Se le agregan 10 ml de ácido clorhídrico HCl 10N.
3. Se pone a digerar en plancha de calentamiento hasta bajar muestra a 25 ml.
4. Se deja enfriar y se traslada a balón de 100 ml.
5. Se enjuaga con agua deionizada 3 veces, no se afora.
6. Se le agregan 10 ml de yoduro de potasio KI 10% y se deja en oscuridad 45 minutos (a muestra y a curva de calibración).
7. Se pasa a leer a espectrofotómetro de absorción atómica VARIAN AA240 FS con técnica de generación de hidruros usando HCL 10N y una mezcla de borohidruro de sodio 0.6% en hidróxido de sodio $\text{NaBH}_4/\text{NaOH}$, se utiliza lámpara de cátodo hueco para detección de arsénico o de Antimonio.



Figura No. 13- Lectura de antimonio

6.5 Análisis de Arsénico en Sedimento por Método de Generación de Hidruros

6.5.1 Curva de Calibración

Se realiza exactamente igual que el análisis de arsénico y antimonio en agua (véase inciso 6.4.2).

6.5.2 Procedimiento

1. Se pesan 0.25 gramos de sedimento y se coloca en balón de 100 ml.
2. Se le agregan 5 ml de ácido clorhídrico concentrado y se agita, verificar que todo el sedimento se humedezca.
3. Se agregan 0.5 ml de peróxido de hidrógeno H_2O_2 en tres dosis (1.5 ml en total).
4. Se introduce a baño maría por 1 hora a $80^\circ C$.
5. Se deja enfriar.
6. Se agregan 10 ml de yoduro de potasio KI 10% a la muestra y a curva.
7. Se deja 1 hora en oscuridad.
8. Se pasa a leer a espectrofotómetro de absorción atómica VARIAN AA240 FS con técnica de generación de hidruros usando HCL 10N y una mezcla de borohidruro de sodio 0.6% en hidróxido de sodio $NaBH_4/NaOH$, se utiliza lámpara de cátodo hueco para detección de arsénico.

6.6 Análisis de Cinc en Agua por Método de Llama

6.6.1 Procedimiento

Se realiza curva de calibración desde solución estándar de 100 ppm para hacer curva de 2.5 y 5 ppm. Desde solución estándar de 10 ppm se realiza la curva de 0.5 y 1 ppm tomando 5 y 10 ml respectivamente. Se realiza el blanco.

La muestra se procede a leer directamente por medio de espectrofotómetro de absorción atómica con técnica de llama con lámpara de cátodo hueco de cinc.

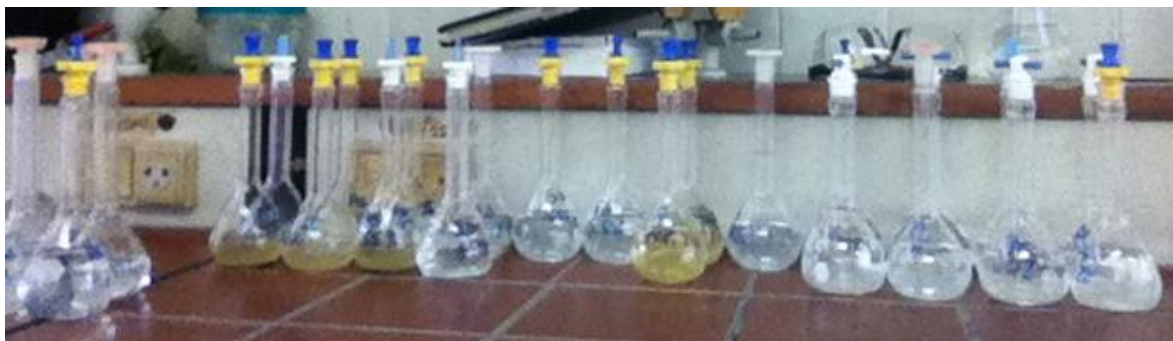


Figura No. 14- Muestras y curva de calibración para análisis de Cinc.

6.7 Análisis de Mercurio en Agua por Método de Vapor Frío

6.7.1 Fundamento teórico del método

Consiste en la generación de vapor de mercurio con un reductor a partir de estados de valencia Hg (II). Con este objetivo las muestras de agua son sometidas a digestión bajo condiciones fuertemente oxidantes que llevan al mercurio de Hg a Hg (II). En ese estado se reduce con borohidruro de sodio NaBH_4 en medio ácido hasta generar vapor de mercurio Hg (g).

El vapor es pasado a través de celda colocada en el paso óptico de la luz de espectro de absorción atómica donde la absorbancia es medida en función de la concentración del mercurio.

6.7.2 Procedimiento

1. Se toman 100 ml de la muestra y se trasladan a Erlenmeyer de 250 ml.
2. Se le agregan 5 ml de ácido nítrico HNO_3 concentrado.
3. Colocar en plancha de calentamiento y bajar a 25 ml (NO HERVIR O DEJAR SECAR LA MUESTRA).
4. Dejar enfriar a temperatura ambiente.
5. Realizar curva de calibración.
6. Leer con espectrofotómetro de absorción atómica con método de vapor frío con lámpara de cátodo hueco de mercurio.

6.8 Análisis de Aluminio en agua en Horno de Grafito

6.8.1 Procedimiento

Las muestras se leen directamente en espectrofotómetro de absorción atómica por método de horno de grafito junto con el blanco y la curva de calibración. Se usa lámpara de cátodo hueco de Aluminio.

6.9 Análisis de Selenio en agua por método de llama

6.9.1 Curva de Calibración

De una solución estándar de 100 ppm se prepara curva de 2.5, 5, 10 y 20 ppm, se les agregan 2 ml de ácido clorhídrico concentrado y se afora con agua deionizada.

6.9.2 Procedimiento

Las muestras se leen directamente en espectrofotómetro de absorción atómica por método de horno de llama con lámpara de cátodo hueco de Selenio.

7. RESULTADOS

7.1 Aprendizaje alcanzado

La importancia de los análisis radica en que los compuestos que se analizan pueden presentar un peligro para la naturaleza, ya sea por contaminación al ambiente o intoxicación en animales. Cabe notar que cada país tiene un historial de compuestos utilizados en las distintas actividades económicas, por lo que las metodologías deben estar adecuadas a dichos analitos.

Como todo análisis, se inicia con la toma de muestras, las cuales se realizan en cristalería debidamente lavada, este paso puede parecer irrelevante, pero si se desea tener datos certeros es indispensable el control de todo equipo y cristalería, esto asegura la nula contaminación de muestra. Cabe destacar que para analizar compuestos organoclorados y organofosforados la botella debe remojarse con hexano, esto con el fin de evitar que los analitos queden retenidos en el vidrio de la botella. Para analizar triazinas no se utiliza ningún solvente como preservante ya que puede perderse el analito. Algunas muestras necesitan preservación con solventes orgánicos o ácidos dependiendo del compuesto a analizar y claramente siempre se deben preservar a temperatura de 4°C hasta su análisis. En cada muestreo se debe llenar un formato de muestreo y debe ir firmado por áreas responsables. Cuando se realiza muestreo en material biológico se siguen otros métodos, por ejemplo, si se desea preservar músculo de pescado debe limpiarse bien una parte del filete y mantenerla en papel aluminio y una bolsa y mantener preservado en frío, cuando se analiza es necesario macerar. Estos análisis me parecen indispensables en la carrera de acuicultura, ya que obviamente se tiene dependencia de fuentes de agua que deben estar en buena calidad.

Para validar métodos se deben establecer parámetros como la exactitud, precisión (repetibilidad y reproducibilidad), veracidad, selectividad y relación de respuesta de detector con concentración, sensibilidad, límites de detección y cuantificación. Se debe cumplir con una linealidad del método en donde entran cálculos estadísticos, lastimosamente solo se conoció a fondo sobre el tema y no se practicó. Para optimizar métodos se debe realizar un

análisis cualitativo y cuantitativo que se adecúe a las nuevas condiciones de un método o procedimiento analítico.

Las técnicas metodológicas como cromatografía y espectrofotometría permiten la detección de compuestos orgánicos y metálicos respectivamente.

Cuadro No. 5- Diferencias entre cromatógrafo de gases y de líquidos.

	Cromatografía de gases	Cromatografía de líquidos
Requerimiento de muestra	Volátil, levemente estable	Soluble
Tipo de muestra	Gaseosa con 20% de compuesto orgánico de peso molecular bajo.	Moléculas inorgánicas y orgánicas, de peso molecular medio y alto.
Fase móvil	Gas inerte (hidrógeno, Nitrógeno ultrapuro, Argón, Helio)	Solventes de alto índice polar (agua, acetonitrilo, metanol, etc) o mezclas de las mismas.
Fase estacionaria	Columna capilar con sílica	Columna empaquetada
Detectores	De captura de electrones (ECD) y de llama (FID)	De arreglo de diodos con lámpara UV y visible, detector de fluorescencia.
Tipo de análisis	ECD-No destructivo FID-destructivo	No destructivo
Para obtener buena lectura	Gradientes de temperatura	Relación de solventes y presión de flujo

En estos métodos se realizan extracciones en la muestra. En la extracción líquido-líquido la solubilidad juega un papel importante para facilitar el proceso, ya que crea una separación de fases y la capacidad de arrastre del solvente debe ser excelente para asegurar una extracción completa. En compuestos organoclorados se utiliza hexano, mientras que en piretroides e hidrocarburos se utiliza diclorometano. En la extracción sólido líquido el diámetro del poro del disco de extracción es el responsable de buenos resultados en extracción. Cabe notar que la

capacidad analítica y práctica del analista es indispensable en este tipo de análisis, ya que un error recae en nuestros resultados en gran medida.

En los procesos de reconcentración se debe tener sumo cuidado de no dejar secar la muestra, en los procesos de destrucción se debe ser cuidadoso con etiquetar bien cada frasco a modo de no crear confusiones, todo el proceso requiere la atención necesaria del analista.

Cuadro No. 6- Diferencias entre espectrofotómetro de llama y de grafito

	Espectrofotómetro de llama	Espectrofotómetro de grafito
Pretratamiento de muestra	Digestión de muestra (generación de hidruros)	No es necesaria
Volumen de muestra	>5ml	0.5 ml
Volumen que lee	El 10% de muestra	Toda la muestra
Tolerancia de temperatura	Grande	Muy grande
Atomización	Rápida	Muy rápida
Tiempo de lectura	1 minuto	2 minutos
Accesorios	Generador de hidruros	Cámara
Sensibilidad	Alta	Muy alta
Resultados	En ppt	En ppb

En la espectrofotometría de absorción atómica los pretratamientos no son tan complejos como en análisis de componentes orgánicos, sin embargo la realización de curva de calibración y lectura de muestras demanda la capacidad analítica y práctica ante ciertos problemas que presente el equipo o el mismo analista, por ejemplo, que la curva de calibración no haya sido bien hecha, que en el espectrofotómetro de grafito no se deposite toda la muestra y el analista no haya prestado atención a la proyección de la cámara y tenga resultados erróneos, o que la llama del espectrofotómetro no sea transparente o lineal por presencia de hollín en la hornilla.

El programar muestras, leer y analizar resultados es la comprobación de la calidad del trabajo del analista, de la calidad del equipo, instrumentos y reactivos.

7.2 Lecciones aprendidas

La administración del CIRA posee una buena organización y manejo, cumplen con sus propios reglamentos y la unión y sincronización entre cada área es buena, ya que se tiene un buen control de las mismas. El control de documentación generada es excelente ya que tienen absolutamente todo registrado.

El área técnica, aseguramiento y control de la calidad se hace cargo de almacenar los registros de todas las evaluaciones, aseguran la protección de la información confidencial y derecho de propiedad de los clientes por medio de cartas de confidencialidad que no permiten a analistas o muestreadores la divulgación de resultados o procesos de las muestras analizadas.

Poseen procedimientos para evitar la disminución de confianza en competencia e integridad operativa, procedimientos para revisión de pedidos, ofertas y contratos, procesos de contratación de ensayos, procedimientos de adquisición de servicios y suministros, inspección de equipos, reactivos y material consumible, incluso poseen procedimientos para selección y evaluación de proveedores.

Los procedimientos de quejas y trabajo no conforme, permite el control de la calidad y para esto implementan procedimientos de acciones correctivas, preventivas y hasta auditorías internas para el continuo mejoramiento de los servicios del centro.

La documentación como los manuales de manejo de la institución y de cada laboratorio están bien detallados, aceptados y firmados por el área técnica, aseguramiento de control y calidad y se actualizan cuando es necesario, depende de los distintos laboratorios realizar dichos cambios y enviarlos a revisión y aceptación.

El manejo de las muestras está controlado por medio de procedimientos de cadena de custodia al ingreso al centro y es obligado tener la documentación del día y hora de llegada y los formatos de muestreo que con posterioridad se les da un código para asegurar la seguridad de los resultados.

El manejo del personal es algo que se toman en serio, ya que de ellos depende gran parte de la calidad de datos generados, se tienen procedimientos para identificar las necesidades de capacitación cuando se necesite, también se mantienen en supervisión continua.

El manejo cristalería, reactivos y equipos es algo que debe tener supervisión continua, ya que promueve la confiabilidad de los resultados, la cristalería usada para estándares es de primera calidad, los reactivos se mantienen en condiciones que mantienen la calidad de los productos, almacenados correctamente e igualmente desechados. Los equipos reciben mantenimiento continuo o cuando es necesario.

En cuanto a laboratorios cabe destacar que en contaminantes orgánicos se realizan reuniones cada lunes para promover una mejor organización, cada analista tiene ciertas ocupaciones aparte de los análisis como tal con el fin de mantener la integridad de las instalaciones e instrumentos. Cuentan con manuales que contienen la ubicación de cada cosa, los documentos de procedimientos operativos como cada equipo tiene su propia documentación pegada cerca o en el mismo.

8. CONCLUSIONES

- 8.1** El éxito de una institución radica en la buena administración y organización de las distintas áreas existentes en el CIRA-UNAN. La dirección y sub-dirección rigen con responsabilidad y compromiso todas las funciones del centro.
- 8.2** El registro de la documentación es muy importante para el área de servicios y gestión de la calidad, ya que promueve un buen manejo de las muestras a analizar.
- 8.3** La aplicación de métodos estandarizados y su cumplimiento con normas y leyes, tanto nacionales son buenas prácticas para la búsqueda de acreditación de laboratorios.
- 8.4** La calidad de este centro debe permanecer y mejorar ya que brinda servicios y asesoramiento a proyectos de investigación de instituciones gubernamentales e incluso a organizaciones internacionales.
- 8.5** La importancia del análisis de contaminantes orgánicos radica en monitorear e identificar contaminaciones por este tipo de componentes en matrices de agua y sedimento, en algunos casos hasta de material biológico como músculo de peces, leche materna, pelo y sangre humana.
- 8.6** El análisis de metales es de suma importancia, ya que estos pueden contaminar los cuerpos de agua superficiales y subterráneos, los metales pueden ser nocivos y en la naturaleza pueden tener transformaciones químicas que puedan hacerlos más nocivos y podrían producir daño al ser humano como a los animales presentes en el ecosistema.

9. BIBLIOGRAFÍA

1. Comisión Económica para América y el Caribe [CEPAL]. (2012). *La economía del cambio climático en Centroamérica* [en línea]. Consultado Diciembre 10, 2014, de <http://www.cepal.org/mexico/cambioclimatico/documentos/ECOSISTEMAS.pdf>
2. Centro para la Investigación en Recursos Acuáticos de Nicaragua [CIRA]. (2007a). *Diagnóstico y servicios* [en línea]. Recuperado Octubre 10, 2014, de <http://www.cira-unan.edu.ni/index.php?s=101>
3. CIRA. (2007b). *Quienes somos* [en línea]. Recuperado Octubre 10, 2014, de <http://www.cira-unan.edu.ni/index.php?s=2>
4. CIRA. (2007c). *Metas y objetivos* [en línea]. Recuperado Octubre 10, 2014, de <http://www.cira-unan.edu.ni/index.php?s=43>
5. Instituto Nicaragüense de Estudios Territoriales [INETER]. (2005). *Características del clima* [en línea]. Recuperado diciembre 10, 2014, de <http://webserver2.ineter.gob.ni/Direcciones/meteorologia/clima%20nic/caracteristicasdelclima.html>

10. ANEXOS



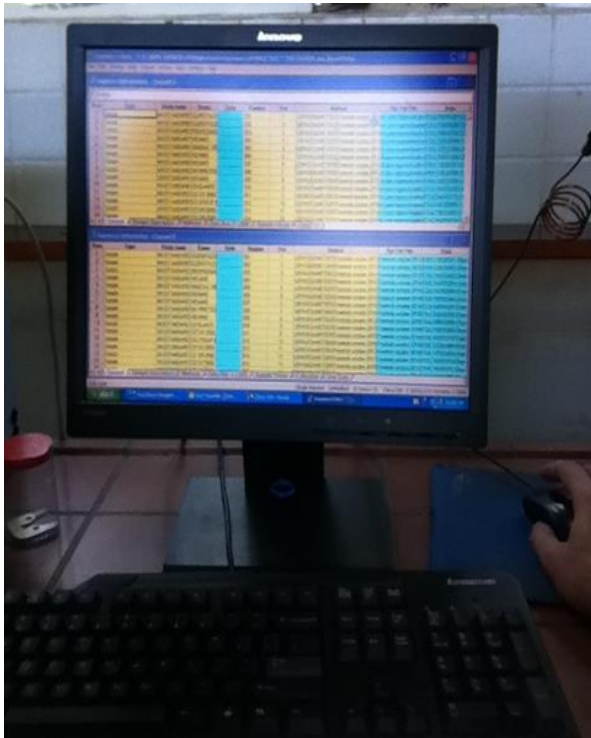
Anexo No. 1- Cromatógrafo de gas CLARUS 500 GC con generador de hidrógeno.



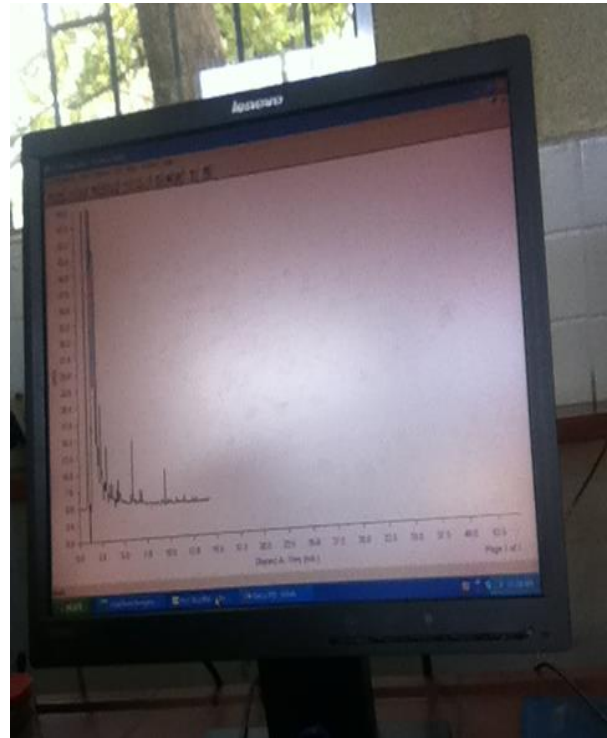
Anexo No. 2- Cromatógrafo de gases VARIAN 3400



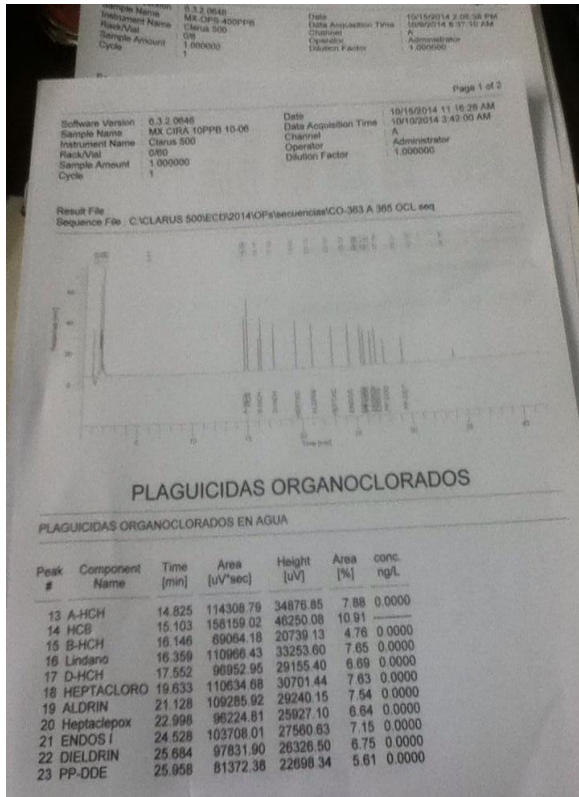
Anexo No. 3- Cromatógrafo líquido (HPLC) marca Merck-Hitachi, modelo D-7000 con detector de arreglo de diodos con lámpara UV y visible y detector de fluorescencia.



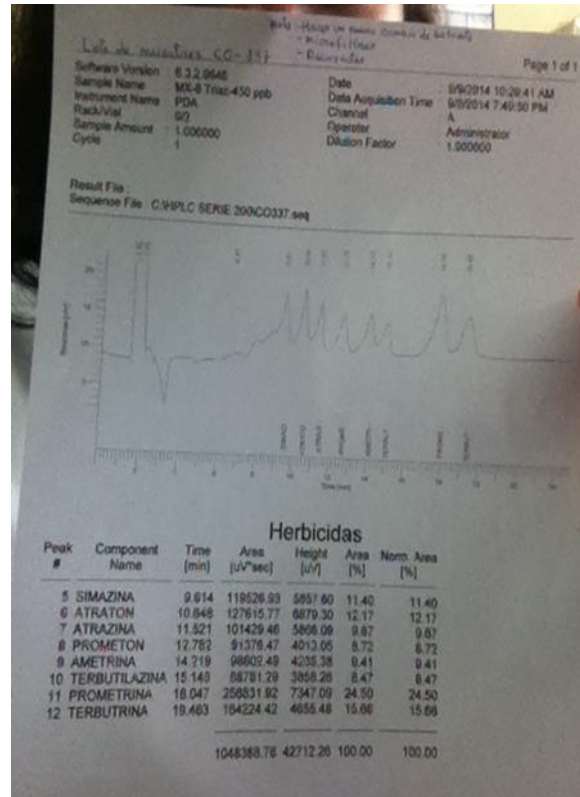
Anexo No. 4- Programación de muestras



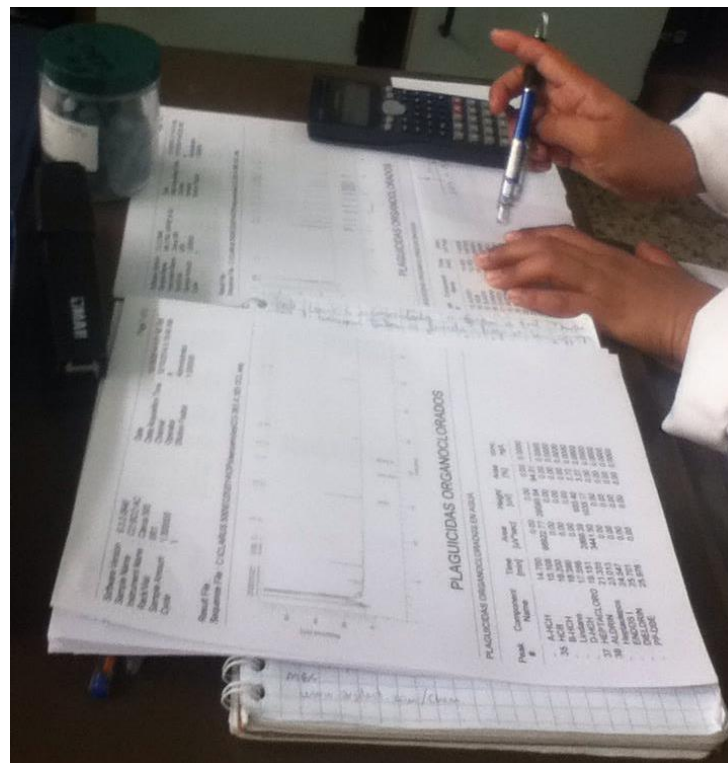
Anexo No. 5- Cromatograma en tiempo real.



Anexo No. 6- Resultados de organoclorados.



Anexo No. 7- Resultados de herbicidas.



Anexo No. 8- Cuantificación de plaguicidas organoclorados y organofosforados.



Anexo No. 9- Laboratorio de extracción de contaminantes orgánicos.



Anexo No. 10- Sistema de baño maría, rotavapor y condensador para reconcentración.



Figura No. 11- Planchas de calentamiento y baño maría para digestar muestras de metales.



Anexo No. 12- Mantenimiento de soluciones estándar.



Figura No. 13- Espectrofotómetro de absorción atómica VARIAN modelo DUO AA240 FS con horno de grafito.



Figura No. 14- Espectrofotómetro de absorción atómica VARIAN modelo DUO AA240 FS con horno de llama.