



S.E.P.

S.E.S.

Tec.N.M.

INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA

**“VALIDACIÓN DE UN DISPOSITIVO PARA LA MEDICIÓN *IN SITU* DE
CH₄, CO₂, NH₃, pH Y TEMPERATURA EN SEDIMENTOS”**

TESIS

**QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
MAESTRO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL**

PRESENTA:

GRANADOS SOLANO ISAAC SAID

No. CONTROL 0928M0145

RESPONSABLE:

DRA. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE LEÓN

CO-RESPONSABLE

DR. NICOLÁS FLORES ÁLAMO



SEP
SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Toluca

Metepec, Méx., 14/junio/2019

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO
E INVESTIGACIÓN

DEPI-395-717/2019

DR. JOSÉ LUIS GARCÍA RIVAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN
P R E S E N T E.

Por este medio comunicamos a usted que la Comisión Revisora designada para analizar la tesis denominada "Validación de un dispositivo para la medición in situ de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos", que como parte de los requisitos para obtener el grado académico de Maestro en Ciencias en Ingeniería Ambiental presenta el C. ISAAC SAID GRANADOS SOLANO, con número de control 0928M0145 para sustentar el acto de Recepción Profesional, ha dictaminado que dicho trabajo reúne las características de contenido y calidad necesario para proceder a la impresión del mismo.

ATENTAMENTE



DRA. MARÍA DEL CARMEN CARREÑO DE LEÓN
DIRECTORA DE TESIS


DR. NICOLÁS FLORES ÁLAMO
CO DIRECTOR DE TESIS




DR. ISAÍAS DE LA ROSA GÓMEZ
REVISOR


DRA. MARÍA DEL CONSUELO HERNÁNDEZ
BÉRRIEL
REVISORA


DR. ALFREDO GARCÍA MENDIETA
REVISOR

JLGR/magj



Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, C.P. 52149,
Metepec, Estado de México. Tels. Dirección (01722) 208 7205, Subd. Académica 208 7207,
Subd. de Planeación 208 7206, Subd. Administrativa 208 7208, Conmut. 208 72 00
e-mail: info@toluca.tecnm.mx, www.toluca.tecnm.mx





SEP
SECRETARÍA DE
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO

Instituto Tecnológico de Toluca

"2019, Año del Caudillo del Sur, Emiliano Zapata"

Metepec, Edo. de México, 01 / julio / 2019.

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO
E INVESTIGACIÓN

DEPI-395-754/2019

ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DE TESIS

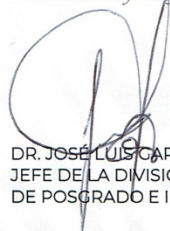
C. ISAAC SAID GRANADOS SOLANO
CANDIDATO AL GRADO DE MAESTRO
EN CIENCIAS EN INGENIERÍA AMBIENTAL
PRESENTE.

De acuerdo con el Reglamento de Titulación del Sistema Nacional de Educación Superior Tecnológica de la Subsecretaría de Educación Superior de la Secretaría de Educación Pública y habiendo cumplido con todas las indicaciones que la Comisión Revisora realizó con respecto a su Trabajo de Tesis titulado "Validación de un dispositivo para la medición in situ de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos" la División de Estudios de Posgrado e Investigación concede autorización para que proceda a la impresión del mismo.

Sin más por el momento, quedo de usted.

ATENTAMENTE

"Educación integradora ciencia"



DR. JOSÉ LUIS GARCÍA RIVAS
JEFE DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN



SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA
TECNOLÓGICO NACIONAL
DE MÉXICO
INSTITUTO TECNOLÓGICO DE TOLUCA
DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE
POSGRADO E INVESTIGACIÓN

JLGR/magj



Av. Tecnológico S/N, Col. Agrícola Bellavista, C.P. 52149,
Metepec, Estado de México. Tels. Dirección (01722) 208 7205, Subd. Académica 208 7207,
Subd. de Planeación 208 7206, Subd. Administrativa 208 7208, Conmut. 208 72 00
e-mail: info@toluca.tecnm.mx, www.toluca.tecnm.mx



DEDICATORIA

A mis padres, Fermín Granados Gutiérrez y Ma. De los Ángeles Solano

A mi abuela Rosa Gutiérrez (†) y tía Juana Granados (†)

A mi prima Adriana Granados y familia

AGRADECIMIENTOS

A la Dra. María del Carmen Carreño de León por haberme dado la oportunidad de participar en este proyecto, por su comprensión, apoyo y enseñanzas, que me guiaron durante la elaboración de esta investigación.

Al Dr. Isaías de la Rosa Gómez, a la Dra. María del Consuelo Hernández Berriel, y al Dr. Nicolás Flores Álamo, por el aporte de sus conocimientos, experiencias y comentarios que sirvieron de guía.

A mis amigos y compañeros de posgrado.

RESUMEN

Considerando que no existen protocolos disponibles para la validación de equipos próximos a salir al mercado, la creación de uno de estos aporta una simplificación en el método y supone un esfuerzo para facilitar la validación de las nuevas tecnologías o de los ya existentes. La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto, se refiere al grado en que el instrumento mide la variable que pretende medir. El proceso de validación genéricamente incluye las siguientes actividades: revisión de normas aplicables, calibración, verificación y evaluación de parámetros de validación propuestos (linealidad, sensibilidad, límites, exactitud, precisión y confiabilidad).

En el presente estudio se muestra el proceso de validación del dispositivo de medición, el cual es útil para realizar análisis *in situ* de: CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos. Las mediciones que se efectuaron para el dispositivo son: temperatura de 0 a 30 °C, para pH de 0 a 14, para CH₄ de 0 a 20% V/V y para CO₂ de 0 a 20% V/V de concentración. Los valores obtenidos de error relativo porcentual, para temperatura, pH, CO₂ y CH₄ en el caso de la exactitud, fueron 0.816, 0.275, 1.586, 2.900 y los valores del porcentaje del coeficiente de variación, en el caso de la precisión, correspondieron a 0.693, 0.042, 1.306, 4.737 respectivamente. Los cuales estuvieron por debajo del 15% cumpliendo con los criterios de aceptación recomendados por la Administración de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos (FDA). Y siguiendo un criterio más riguroso para un porcentaje del coeficiente de variación de valores por debajo del 2%, el metano es rechazado por el valor de 2.9%, este criterio es aplicado para mediciones cromatografías de gases.

La validación del dispositivo de medición en el presente trabajo, proporciona evidencias objetivas que satisfacen las expectativas del consumidor. La confiabilidad global del dispositivo de medición a través del análisis riguroso de los datos es de 94.42%.

ÍNDICE

	Pág.
ÍNDICE DE TABLAS	viii
ÍNDICE DE FIGURAS	ix
INTRODUCCIÓN.....	1
1. FUNDAMENTOS	2
1.1 El agua	2
1.1.1 Situación del agua	2
1.1.2 Contaminación del agua	4
1.1.3 Contaminación del agua en México.....	4
1.2 Sedimentos	5
1.2.1 Causas de la producción de gases en cuerpos de agua.....	6
1.3 Variables de interés	7
1.3.1 CH ₄	7
1.3.2 CO ₂	7
1.3.3 NH ₃	7
1.3.4 pH	8
1.3.5 Temperatura	8
1.4 Mediciones	9
1.4.1 El Mensurando.....	9
1.5. Errores de medición	11
1.5.1 Formas de expresar los errores.....	11
1.5.2 Errores sistemáticos	11
1.5.3 Errores accidentales	12
1.6 Componentes de medición del In Site 100	12
1.6.1 Sensores.....	12
1.6.2 Sensor de gases.....	13
1.6.3 Sensor de pH.....	14
1.6.4 Sensor de temperatura	15
1.7 Actividades de validación para el dispositivo de medición.....	16
1.7.1 Calibración	16
1.7.2 Verificación	17
1.7.3 Validación	18
1.8 Parámetros de validación.....	19
1.8.1 Linealidad	19
1.8.2 Sensibilidad	19

	Pág.
1.8.3 Límites	20
1.8.4 Exactitud	20
1.8.5 Precisión	20
1.8.6 Confiabilidad	21
2. MÉTODO	22
2.1 Búsqueda de información	23
3.2 Calibración del dispositivo.....	23
3.2.1 Calibración del sensor de pH.....	23
3.2.2 Calibración del sensor de temperatura.....	24
3.2.3 Calibración del sensor de gases.....	25
3.3 Verificación del dispositivo	25
3.4 Análisis de las muestras	26
3.5 Análisis de los resultados.....	26
3.6 Validación del dispositivo	27
4. RESULTADOS.....	29
4.1 Calibración	29
4.1.1 Calibración del sensor pH y mediciones.....	29
4.1.2 Calibración del sensor de temperatura y mediciones.....	31
4.1.3 Calibración del sensor de gases y mediciones.....	33
4.2 Verificación.....	35
4.3 Validación.....	36
4.2.1. Linealidad	36
4.2.2 Sensibilidad	38
4.2.3 Límites	39
4.2.4 Exactitud	39
4.2.5 Precisión	40
4.2.7 Confiabilidad	41
Informe de validación.....	41
CONCLUSIONES.....	43
FUENTES DE CONSULTA.....	44
ANEXOS	50

ÍNDICE DE TABLAS

	Pág.
Tabla 2.1. Recopilación de normas nacionales.....	23
Tabla 2.2. Recopilación de documentación emitida por el Centro Nacional de Metrología	23
Tabla 4.1. Calibración del equipo para el Buffer pH 4, 7, 10.....	29
Tabla 4.2. Mediciones del dispositivo para soluciones	30
Tabla 4.3. Comparación de mediciones del dispositivo vs el OHAUS	30
Tabla 4.4. Valores para calibración a CERO	33
Tabla 4.5. Calibración a máxima concentración SPAN.....	34
Tabla 4.6. Mediciones del sensor con gas de prueba para CH ₄ y CO ₂	34
Tabla 4.7. Criterios críticos para la verificación del dispositivo	36
Tabla 4.8. Linealidad del pH.....	37
Tabla 4.9. Linealidad de la temperatura	37
Tabla 4.10. Porcentajes de recuperación obtenidos para gases	38
Tabla 4.11. Error relativo porcentual para temperatura	39
Tabla 4.12. Porcentaje del coeficiente de variación para temperatura	40
Tabla 4.13. Error relativo porcentual para las mediciones	41
Tabla 4.14. Resultados de la validación.....	42

ÍNDICE DE FIGURAS

	Pág.
Figura 1.1. Sensor de gases construido.....	13
Figura 1.2. Sensor de pH	14
Figura 1.3. Termistor	16
Figura 2.1. Algoritmo de validación propuesto	22
Figura 4.1. Curva de calibración de temperatura	31
Figura 4.2. Tiempo vs temperatura del dispositivo.....	32
Figura 4.3. Curva de calibración vs temperaturas del dispositivo	32
Figura 4.4 Linealidad del pH	37

INTRODUCCIÓN

En las últimas décadas, la liberación de contaminantes a cuerpos de agua, producida principalmente como consecuencia del desarrollo industrial, ha superado con creces los mecanismos naturales de reciclaje y autodepuración de los ecosistemas receptores, provocando cambios en el equilibrio original, que desembocan en un aumento en las poblaciones o en alteraciones de la biota, lo que a su vez genera gran consumo de oxígeno y más producción de dióxido de carbono, amoníaco, ácido sulfhídrico y metano, incrementando el volumen total de biomasa (Garbiso *et al.*, 2002; Proserpi, 2002).

Existen distintas maneras de medir los contaminantes, en el campo se utilizan diversos instrumentos que permiten analizar la información que obtienen a través de muestras, algunas variables son: el pH, oxígeno disuelto, turbidez, temperatura, conductividad, entre otras. En diversos procesos de medición, garantizar la confiabilidad metrológica de todos los instrumentos asociados, es un anhelo para la industria y un desafío para la metrología. La imperfección natural de la realización de las mediciones, hace imposible conocer con certeza absoluta el valor verdadero de una magnitud, ya que toda medición lleva implícita una incertidumbre, la cual es un parámetro que caracteriza la dispersión de los valores (Pérez *et al.*, 2016; Schmid & Lazos, 2000).

El que un dispositivo de medición sea aceptado o no, depende de la certificación que se le ha otorgado por parte de los organismos encargados de controlar el sector, permitiendo su producción y comercialización. La validación proporciona confianza y seguridad en los dispositivos de medición. (Acevedo, 2015; Transfusional, 2009).

En el presente trabajo que lleva por título “Validación de un dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos”, se propone un proceso validación el cual aporta evidencias objetivas de que el dispositivo mide lo que se pretende medir.

1. FUNDAMENTOS

1.1 El agua

El agua es elemental para la vida. Posee cualidades que la convierten en una sustancia única y muy preciada. Es la única sustancia que se puede encontrar en los tres estados de la materia (líquido, sólido y gaseoso) de forma natural en la Tierra. El agua en su forma sólida, hielo, es menos densa que la líquida, por eso el hielo flota. No tiene color, sabor ni olor. Su punto de congelación es a cero grados Celsius (°C), mientras que el de ebullición es a 100 °C (a nivel del mar). El agua del planeta está cambiando constantemente y siempre está en movimiento.

El agua tiene un alto índice específico de calor, es decir que tiene la capacidad de absorber mucho calor antes de que suba su temperatura. Por este motivo, el agua adquiere un papel relevante como enfriador en las industrias y ayuda a regular el cambio de temperatura del aire durante las estaciones del año. Posee una tensión superficial muy alta, lo que significa que es pegajosa y elástica. Se une en gotas en vez de separarse. Esta cualidad le proporciona al agua la acción capilar, es decir, que se pueda desplazar por medio de las raíces de las plantas y los vasos sanguíneos y disolver sustancias.

La fórmula química del agua es H₂O, un átomo de oxígeno ligado a dos de hidrógeno. La molécula del agua tiene carga eléctrica positiva en un lado y negativa del otro. Debido a que las cargas eléctricas opuestas se atraen, las moléculas del agua tienden a unirse unas con otras. El agua es conocida como el “solvente universal”, ya que disuelve más sustancias que cualquier otro líquido y contiene valiosos minerales y nutrientes. El potencial de hidrógeno (pH) es una medida de acidez o alcalinidad de una disolución. El agua pura tiene un pH neutro de 7, lo que significa que no es ácida ni básica (CONAGUA, 2017).

1.1.1 Situación del agua

El término agua tiene muchas connotaciones que van desde su composición química hasta el complejo proceso político para su gestión, en la actualidad el desarrollo económico de las diferentes regiones del planeta ha provocado signos

notorios de deterioro en el ciclo hidrológico que se manifiestan en condiciones de escasez del recurso. El agua juega uno de los papeles más importantes para el mantenimiento de la vida en el planeta, su funcionalidad biológica la hace indispensable para la creación y la sobrevivencia de todos los seres vivos y como si esto por sí sólo no fuera lo suficientemente importante, el agua también es un pilar del desarrollo.

El crecimiento poblacional y la industrialización dieron como resultado un incremento en la demanda del líquido, así como una mayor dispersión de las zonas urbanas en sitios desprovistos de agua, con un incremento en la necesidad de desarrollar más infraestructura para continuar abasteciendo las demandas de la población. El deterioro del agua tiene varias facetas y para entenderlo mejor es necesario conocer el ciclo hidrológico y también cuáles han sido los efectos del desarrollo humano en él.

El agua tiene un ciclo natural en el que participan procesos como la lluvia, la formación de nubes, el viento, la temperatura, entre otros. Existen dos zonas de mantenimiento del ciclo, la zona de recarga en la que participan la condensación, la precipitación, la infiltración y la percolación y la zona de descarga en la que participan la evaporación, la evapotranspiración y la escorrentía. El proceso anterior es afectado por la participación social, por lo tanto, debe ser visto como un sistema integral en el que las funciones del agua, tanto para actividades de la sociedad, como para la conservación ambiental, convivan en un estado de balance adecuado. Para que la participación humana en el ciclo hidrológico sea sostenible debería haber un equilibrio entre la zona de recarga y la zona de descarga, de lo contrario si se extrae mayor cantidad de agua que la que se recarga esto provoca la sobre explotación, siendo este uno de los principales problemas de los mantos acuíferos.

Por otra parte, se encuentra el problema del deterioro de la calidad del agua, la afectación que este factor tiene en el consumo es que, aun disponiendo de una fuente de agua, esta puede perder su utilidad si no se encuentra en las condiciones de calidad necesarias para un uso específico. En general, calidad del agua significa la condición para que pueda ser utilizada para usos concretos por ejemplo para consumo humano debe estar libre de microorganismos,

sustancias químicas o sustancias radiactivas además con olor, color y sabor aceptables (García & Martínez, 2009).

1.1.2 Contaminación del agua

Tendemos que aceptar la noción de que un contaminante del agua es cualquier sustancia o compuesto cuya concentración límite impida sus usos y benéficos. Se define entonces la contaminación del agua como la introducción por el hombre en el ambiente acuático (mares, ríos y lagos) de elementos abióticos o bióticos que causen efectos dañinos o tóxicos, perjudiquen los recursos vivos, constituyan un peligro para la salud humana, obstaculicen las actividades marítimas (incluida la pesca), menoscaben la calidad del agua o disminuyan los valores estéticos y de recreación (Orta, 2002).

Las diferentes actividades realizadas por la población generan desechos diversos, que son las fuentes principales de contaminación de ríos, canales y lagos; lo que se traduce en la desaparición de la vegetación natural, así como en la muerte de peces y demás animales acuáticos. Por otra parte, la descarga directa a cuerpos de agua de las aguas residuales generadas en estas actividades, limita el uso del recurso para los diferentes usos productivos como el riego o la pesca artesanal; el consumo (agua potable) y recreación de contacto (De la Peña *et al.*, 2013).

1.1.3 Contaminación del agua en México

En México no se hace una diferenciación del uso en base a la calidad del agua, el agua para beber es de la misma calidad que el agua para uso industrial, sin que esto implique que se esté cumpliendo con la normatividad oficial mexicana para consumo humano (Carabias & Landa, 2005).

Las principales causas de contaminación de las aguas en México son: contaminación microbiológica por desechos de aguas municipales no tratadas; por sustancias químicas de desechos industriales; por fertilizantes y pesticidas; por intrusión salina. Lo anterior provoca que el agua de las fuentes contaminadas no pueda ser utilizada para fines humanos y que las especies que viven en los

cuerpos de agua en esas condiciones se estén extinguiendo afectando el ciclo hidrológico.

La contaminación, que en la mayoría de los casos es un subproducto del desarrollo y del crecimiento económico, trae consigo problemas de salud a la sociedad al inducir todo tipo de enfermedades causadas, ya sea por un agente agresor o como enfermedades del tipo crónico degenerativo, donde lamentablemente el sector marginado es el que menos medios tiene para defenderse de tales circunstancias (Toledo, 2002).

1.2 Sedimentos

En las últimas décadas, la liberación de contaminantes al ambiente, producida principalmente como consecuencia del desarrollo industrial, ha superado con creces los mecanismos naturales de reciclaje y autodepuración de los ecosistemas receptores. Este hecho ha conducido a una evidente acumulación de contaminantes en los distintos ecosistemas acuáticos, considerando esto, los sedimentos son depósitos de materia orgánica, material particulado y agentes contaminantes (Garbiso *et al.*, 2002).

Los sedimentos son capas de materia finamente dividida que cubren los fondos de los ríos, arroyos, lagos, embalses, bahías y océanos. Típicamente consisten en mezclas de minerales granulados de tamaño fino (limo de 62 a 4 micras de diámetro y arcilla menos de 4 micras de diámetro), medio (arena de 2 mm a 64 micras) y grueso (gravas más de 2 mm de diámetro), mezclados con materia orgánica. Su composición puede variar de materia mineral puro a orgánico. Los sedimentos son depósitos de una variedad de desechos biológicos, químicos y contaminantes (residuos) en los cuerpos o reservorios de agua, acumulando también contaminantes como metales y compuestos orgánicos tóxicos.

Es de particular preocupación la transferencia de especies químicas de los sedimentos a las cadenas alimenticias acuáticas vía organismos, tales como gusanos y almejas, que pasan parte importante de su ciclo de vida en contacto con los sedimentos (Manahan, 2006).

1.2.1 Causas de la producción de gases en cuerpos de agua

La composición de la biota de un ambiente acuático está determinada por las condiciones ambientales que llevan al hecho de que algunas especies sean más o menos dominantes. La producción primaria (principalmente por actividad fotosintética) y la degradación de la materia orgánica son resultantes de la actividad de microorganismos, principalmente algas y bacterias respectivamente. El componente biológico de los ambientes acuáticos presenta cadenas tróficas, que en algunos casos con alta diversidad llegan a ser bastante complejas.

Las sustancias orgánicas presentes en el agua se mineralizan a través de diversos organismos, transformándose en nutrientes, que son liberados al medio y soportan la productividad primaria del sistema, representada por organismos con clorofilas, como las algas y plantas acuáticas, que a su vez proveen la materia orgánica y parte del oxígeno para el resto de la cadena alimentaria, compuesta generalmente por distintos micro- y macro-invertebrados, anfibios y peces.

Cuando, por efecto de la actividad humana, se aumenta el ingreso de la materia orgánica e inorgánica al ecosistema acuático, se provocan cambios en el equilibrio original que desembocan en un aumento en las poblaciones o en alteraciones de la biota original, lo que a su vez genera gran consumo de oxígeno y más producción de dióxido de carbono, amoníaco, ácido sulfhídrico y metano, incrementando el volumen total de biomasa.

Estos gases se producen por reacciones óxido-reducción realizadas en presencia de oxígeno tal es el caso del dióxido de carbono, y en ausencia de oxígeno como son la producción de amoníaco, ácido sulfhídrico y metano, para ambos casos las bacterias son las principales productoras naturales. Y al gracias al aumento de materia orgánica, en forma de nutrientes, la presencia de pesticidas, plaguicidas y fertilizantes y a la modificación de las condiciones originales de pH, temperatura etc., de los cuerpos de agua se favorece a que estos microorganismos tengan las condiciones necesarias para su aumento de biomasa, generando así problemas de contaminación (Prosperi, 2002).

1.3 Variables de interés

Existen distintas maneras de medir los contaminantes, en el campo se utilizan diversos instrumentos que permiten analizar la información que obtienen a través de muestras, algunas variables son: el pH, oxígeno disuelto, turbidez, temperatura, conductividad, entre otras. En el campo suelen utilizarse gran parte de estos instrumentos, sin embargo, la medición de tan solo algunas variables es esencial para valorar en qué estado se encuentra el cuerpo de agua, suelo o aire, aun así, estas deben pasar por ciertas normas y directrices que determinan su grado de contaminación, o si se encuentra dentro de los límites permisibles. En el presente trabajo que lleva por título “Validación de un dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos”.

1.3.1 CH₄

La degradación de la materia orgánica es producida por diferentes grupos de microorganismos (preferentemente bacterias), que de manera sinérgica y en diferentes etapas, provocan la completa reducción del material orgánico biodegradable presente. La digestión anaerobia es un proceso biológico que en ausencia de oxígeno transforma la materia orgánica en biogás y un biosólido digerido, producto de la estabilización de la materia orgánica. El biogás está constituido fundamentalmente por CH₄, CO₂ y H₂S (Rodríguez *et al.*, 2015).

1.3.2 CO₂

Los principales gases de efecto invernadero son el dióxido de carbono, el metano, los óxidos de nitrógeno y los clorofluorocarbonos, entre otros de menor efecto. El dióxido de carbono es uno de los de mayor impacto, el cual llega a la atmósfera por efectos de la actividad humana, como la quema de combustibles fósiles y la tala de bosques, que reduce la fijación biológica del CO₂ (García *et al.*, 2015).

1.3.3 NH₃

El amoníaco presente en el ambiente se debe a procesos naturales, ciclo de nitrógeno, a la actividad industrial y agrícola del hombre. Las aguas superficiales

también, reciben NH_3 de otras fuentes como son la descomposición de los vegetales y los desperdicios de los animales (Prieto *et al.*, 2015).

1.3.4 pH

El pH es un parámetro que mide la concentración de iones hidronio presentes en el agua. El potenciómetro consta de un electrodo de vidrio que genera una corriente eléctrica proporcional a la concentración de protones de la solución y que se mide en un galvanómetro. La corriente puede transformarse fácilmente en unidades de pH o mV por diferentes procedimientos de calibrado, el valor del pH depende de la temperatura (Severiche *et al.*, 2013).

También existen otros métodos como los son indicadores y colorímetros. Los indicadores son materiales diseñados específicamente para cambiar de color cuando son expuestos a distintos niveles de pH. El colorímetro es un dispositivo que utiliza un envase lleno con un determinado volumen de muestra, al cual se le agrega un reactivo. Al agregar el reactivo, la mezcla cambia de color, el cual después es comparado con una rueda de color o espectro estándar de color para interpolar el valor resultante (Curiel, 2015).

1.3.5 Temperatura

Uno de los aspectos más importantes en los procesos industriales es la medición de la temperatura. Casi todos los fenómenos físicos están afectados por ella. Frecuentemente se utiliza la temperatura para inferir el valor de otras variables del proceso (Torres, 2016).

La temperatura es el potencial o grado calorífico, referido a un cuerpo. Las variaciones de temperatura que se pueden esperar de las aguas, dependen de la época del año, el lugar y la hora; las temperaturas pueden ser más altas o más bajas que los valores de entrada correspondientes.

La temperatura del agua es un parámetro muy importante dada su influencia, tanto en el desarrollo de la vida acuática, como en las reacciones químicas y las velocidades de reacción (Ocampo *et al.*, 2013).

1.4 Mediciones

En toda interacción comercial, industrial, científica y legal se llevan a cabo mediciones de cantidades, pesos, características físicas, químicas o de desempeño, con el fin de establecer la aceptación o rechazo de lo que está pasando de un proveedor a un cliente o de una entidad a otra. Por tal motivo, las mediciones realizadas deben ser consideradas válidas técnicamente por ambas partes.

Cuando la interacción se lleva a cabo por entidades de un mismo país, las entidades se sujetan a las leyes de metrología que regulan dichas interacciones, pero cuando se dan entre entidades de diferentes países, se debe estar seguro que lo que mide una entidad es exactamente lo mismo que lo medido por la otra entidad. Por esta razón, la acreditación de la competencia técnica de las mediciones hechas por una entidad debe ser reconocida para la segunda entidad (Molina, 2015).

En diversos procesos de medición, garantizar la confiabilidad metrológica de todos los instrumentos asociados, es un anhelo para la industria y un desafío para la metrología. Por esta razón, especialistas del área han propuesto diferentes metodologías para evaluar y obtener menores incertidumbres asociadas a la medición (Pérez *et al.*, 2016).

1.4.1 El Mensurando

El propósito de una medición es determinar el valor de una magnitud, llamada el mensurando, es el atributo sujeto a medición de un fenómeno, cuerpo o sustancia que puede ser distinguido cualitativamente y determinado cuantitativamente. La definición del mensurando es vital para obtener buenos resultados de la medición. En no pocas ocasiones se mide algo distinto al propósito original.

La imperfección natural de la realización de las mediciones, hace imposible conocer con certeza absoluta el valor verdadero de una magnitud: Toda medición lleva implícita una incertidumbre, la cual es un parámetro que caracteriza la dispersión de los valores que pueden ser atribuidos razonablemente al

mensurando. Una definición completa del mensurando incluye especificaciones sobre las magnitudes de entrada relevantes.

El resultado de una medición incluye la mejor estimación del valor del mensurando y una estimación de la incertidumbre sobre ese valor. La incertidumbre se compone de contribuciones de diversas fuentes, algunas de ellas descritas por las magnitudes de entrada respectivas. Algunas contribuciones son inevitables por la definición del propio mensurando, mientras otras pueden depender del principio de medición, del método y del procedimiento seleccionados para la medición.

Por ejemplo, en la medición de la longitud de una barra, la temperatura es una magnitud de entrada que afecta directamente al mensurando por expansión o contracción térmica de la barra. Otra magnitud de entrada es la fuerza de contacto, presente cuando se usan instrumentos que requieren contacto mecánico como los tornillos micrométricos, calibradores vernier, etc.

También pueden influir en el resultado de la medición, y por lo tanto en la incertidumbre, algunos atributos no cuantificables en cuyo caso es siempre recomendable reducir en lo posible sus efectos, preferentemente haciendo uso de criterios de aceptación en las actividades tendientes a reducir tales efectos.

El principio de medición es el fundamento científico usado para realizar una medición. El conocimiento del principio de medición permite al metrólogo dominar la medición, esto es, modificarla, diseñar otra, evaluar su conveniencia, etc., además es indispensable para estimar la incertidumbre de la medición. El método de medición y el procedimiento de medición son descripciones de la manera de llevar a cabo la medición, la primera genérica, la segunda específica.

El principio, el método y el procedimiento de medición son determinantes en el valor de la incertidumbre de la medición. Un conocimiento insuficiente de ellos muy probablemente conducirá a una estimación equivocada, o incompleta en el mejor de los casos, de la incertidumbre de la medición. Para la aplicación de este documento se supondrá que el principio, el método y el procedimiento han sido previamente determinados. La definición del mensurando usualmente alude, casi siempre de manera implícita, a una estimación de la incertidumbre que se

requiere. Es notable el alto riesgo que se corre cuando la definición del mensurando no es acorde con la estimación de la incertidumbre requerida (Schmid & Lazos, 2000).

1.5. Errores de medición

Cuando se realizan mediciones, se debe estar consciente de que el valor arrojado por el instrumento con que se mide y el verdadero valor de la magnitud, pueden presentar diferencias. Esto es lo que define al error de la medición.

1.5.1 Formas de expresar los errores

Error absoluto: es la diferencia entre el valor leído y el real. Se considerará valor real, el obtenido mediante un instrumento de alta exactitud, denominado patrón. La ecuación (1) muestra esta relación.

$$Ea = \text{valor leído} - \text{valor real} \quad (1)$$

Error relativo: es expresado en porcentaje del valor de magnitud medida, de acuerdo a la ecuación (2).

$$Er = \frac{Ea}{\text{valor real}} \times 100 \quad (2)$$

El error relativo es una indicación del grado de precisión de la medición: a menor error relativo, mayor precisión de la medida efectuada. El error de medición con el signo contrario se conoce como la corrección de la medida. Para obtener el valor real de la magnitud medida, se suma la corrección al valor obtenido por la medición, como establece la ecuación (3).

$$\text{Valor real} = \text{valor medido} - Ea \quad (3)$$

1.5.2 Errores sistemáticos

Se denomina errores sistemáticos a los que se repiten en forma consistente con la medida. Generalmente son originados por las características particulares del instrumento o por el observador. Como errores sistemáticos pueden listarse:

- Metodológicos
- Ambientales

- Personales
- Instrumentales

1.5.3 Errores accidentales

Son los cometidos aleatoriamente en cada medición y son debidos a causas imponderables. Al producirse aleatoriamente, las medidas se distribuyen alrededor del valor real, por lo que un tratamiento estadístico permite estimar su valor. La evaluación del valor correspondiente a los errores accidentales se logra mediante el tratamiento estadístico de medidas repetitivas de la magnitud que desea determinarse. Para ello es conveniente repetir la medida varias veces. Como resultado de la medida se toma el valor medio de las mismas (Caballero, 2016).

1.6 Componentes de medición del In Site 100

1.6.1 Sensores

Un sensor es un dispositivo capaz de convertir una magnitud física o química del entorno en una magnitud eléctrica medible, también se suele utilizar el concepto de transductor, sin embargo, este representa la energía que se desea medir en otro tipo de energía. Los sensores que desempeñan un papel importante en la construcción del prototipo son detallados y escogidos a través de una gama de sensores comerciales. Conviene subrayar que la fabricación, así como su análisis, diseño y pruebas, involucra mayor esfuerzo y tiempo de desarrollo (Castillo *et al.*, 2015).

El uso de sensores para monitorear el entorno que nos rodea no es algo nuevo, es una práctica que cada vez invade más cada aspecto de nuestras vidas, desde los complejos sistemas de prevención y estudio de fenómenos naturales usado por científicos de todas las ramas hasta los simples sensores de proximidad instalados para automatizar las luces en una vivienda; los sensores se encuentran cada vez más relacionados con nuestras actividades diarias (Añazco, 2015).

Los sensores son indispensables en la automatización de las industrias de proceso y manufacturados, incluida la robótica, en ingeniería experimental, en

sectores no productivos como son el ahorro energético y el control ambiental (aire, ruido, calidad del agua), en automóviles y electrodomésticos, en la agricultura y medicina, etc. Dado que la elección del sensor condiciona la sensibilidad, exactitud y estabilidad de los instrumentos de medida, es importante su selección e integración dentro de los instrumentos de medición (Areny, 2004).

1.6.2 Sensor de gases

Estos sensores de gases Infrarrojo no dispersivo (IRND), consisten en una fuente de rayos infrarrojos, una cavidad óptica, un detector de canal doble y un termistor interno. Cuando el gas en cuestión entra en la cavidad óptica, la luz infrarroja proveniente de la fuente interactúa con las moléculas del gas. Ciertos gases absorben radiación infrarroja a ciertas longitudes de onda.

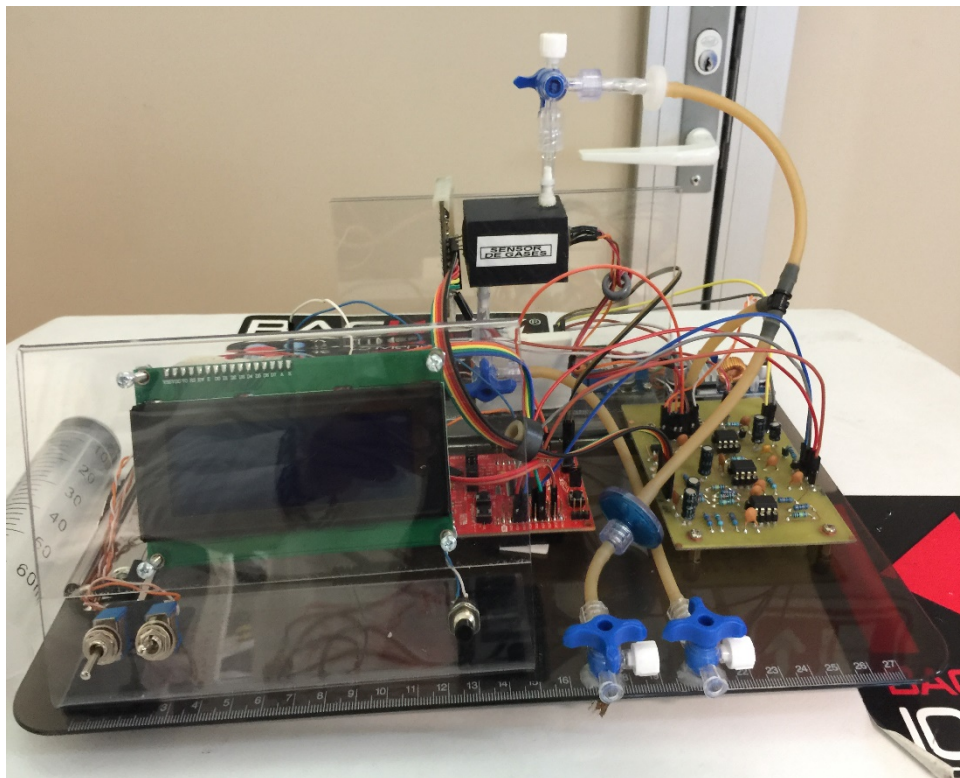


Figura 1.1. Sensor de gases construido

El canal doble se compone de un canal activo y un canal de referencia. El canal activo presenta un filtro óptico que solo deja pasar aquellas longitudes de onda correspondientes al espectro de absorción del gas. Entre mayor sea la concentración del gas en la cavidad óptica, menor será la intensidad de la luz

que incide sobre este canal. El canal de referencia, por su parte, deja pasar aquellas longitudes de onda que no son absorbidas por el gas. La intensidad de la luz que incide sobre este canal no debería variar con la concentración del gas. El termistor interno se utiliza para medir la temperatura en el sensor y compensar el valor de salida, dado que estos sensores tienen una alta sensibilidad a la temperatura ambiente (Garín, 2017).

Los sensores de gases Infrarrojo no dispersivo (IRND) son los que tienen mejor respuesta para medir gases analíticamente y en concentraciones de 0 a 100% V/V. Aunque hay en el mercado sensores múltiples en uno solo, no hay específicamente para CH_4 , CO_2 y NH_3 . Con el desarrollo de la investigación se eliminó el NH_3 por qué causaba interferencia con la detección del CH_4 . Aun así, se decidió diseñar y fabricar un sensor capaz de medir CH_4 y CO_2 .

1.6.3 Sensor de pH

En la medida de pH pueden utilizarse varios métodos, de entre los cuales los más exactos y versátiles de aplicación industrial es el de sistema de electrodo de vidrio. El electrodo de vidrio consiste en un tubo de vidrio cerrado en su parte inferior con una membrana de vidrio especialmente sensible a los iones

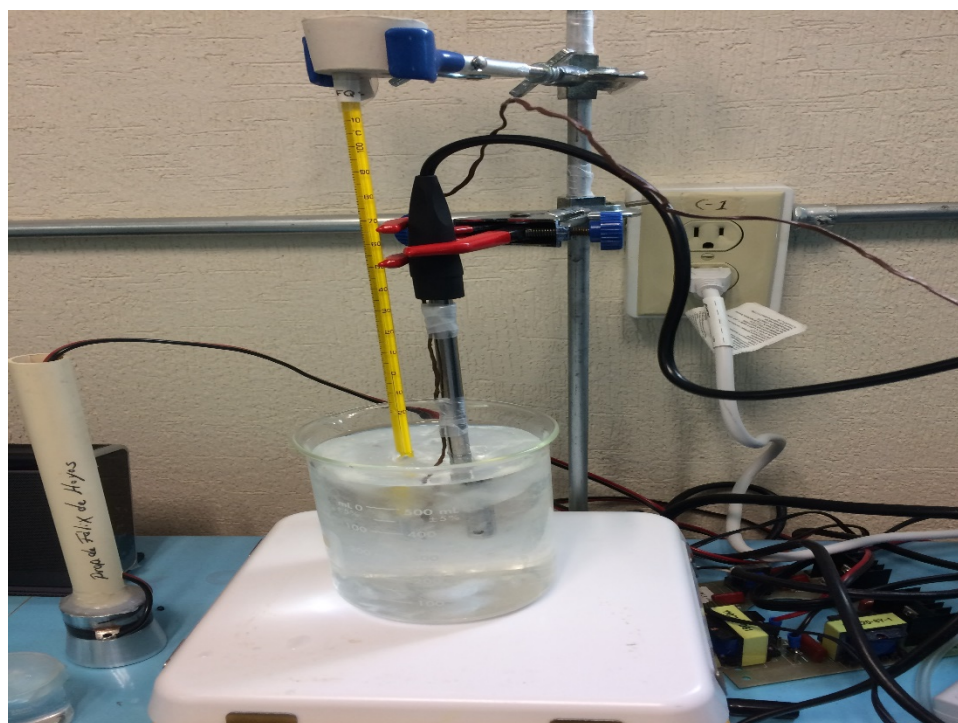


Figura 1.2. Sensor de pH

hidrógeno. En la parte interna de esta membrana se encuentra una solución de cloruro, tampón de pH constante, dentro de la cual está inmerso un hilo de plata recubierto de cloruro de plata (Creus, 2011).

Aunque el mecanismo que permite que el electrodo de vidrio mida la concentración de ion hidrógeno no es exactamente conocido, está establecido que al introducir el electrodo en el líquido se desarrolla un potencial relacionado directamente con la concentración del ion hidrógeno del líquido. Es decir, si esta concentración es mayor que la interior del electrodo existe un potencial positivo a través de la punta del electrodo y, si es inferior, el potencial es negativo. Este potencial cambia con la temperatura, por ejemplo, pasa de 54,2 mV a 0 °C a 74 mV a 100 °C por unidad de pH. Para medir el potencial desarrollado en el electrodo de vidrio es necesario disponer, en la solución, de un segundo elemento o electrodo de referencia. Este, aparte de cerrar el circuito, suministra un potencial constante que sirve de referencia para medir el potencial variable del electrodo de vidrio. El electrodo de referencia contiene una célula interna formada por un hilo de plata recubierto con cloruro de plata en contacto con un electrolito de cloruro de potasio. Este electrolito pasa a la solución muestra a través de una unión líquida. De este modo, la célula interna del electrodo permanece en contacto con una solución que no varía de concentración y que, por lo tanto, proporciona una referencia estable de potencial (Creus, 2011).

El sensor de pH marca MILWAUKEE modelo MI-SE-200, perteneciente al dispositivo de medición, permitió realizar las mediciones de pH mediante el método del sistema de electrodo de vidrio.

1.6.4 Sensor de temperatura

El desarrollo de la electrónica ha permitido la construcción de termómetros electrónicos, que tienen un amplio rango de prestaciones y costos, pero en la gran mayoría de ellos se pueden reconocer tres partes básicas que representaremos con los siguientes bloques.

En la primera etapa se encuentra el sensor que es un dispositivo que modifica alguna de sus características, generalmente la resistencia eléctrica, con la variación de temperatura. Suele ser de tamaño muy pequeño, un disco de dos o

tres milímetros de diámetro y menos de uno de espesor, y si se aplica en medios industriales debe tener una protección exterior que evite que agentes corrosivos lo dañen. La segunda etapa, de amplificación, consiste en un sistema electrónico que transforma el cambio de la variable del sensor en una corriente eléctrica mediante un sistema de circuitos integrados. Finalmente, en la tercera etapa, de exhibición o registro, según se necesite, el valor de esa corriente eléctrica que es proporcional a la temperatura detectada por el sensor es exhibida en una pantalla o registrada en una computadora (Marini *et al.*, 2016).

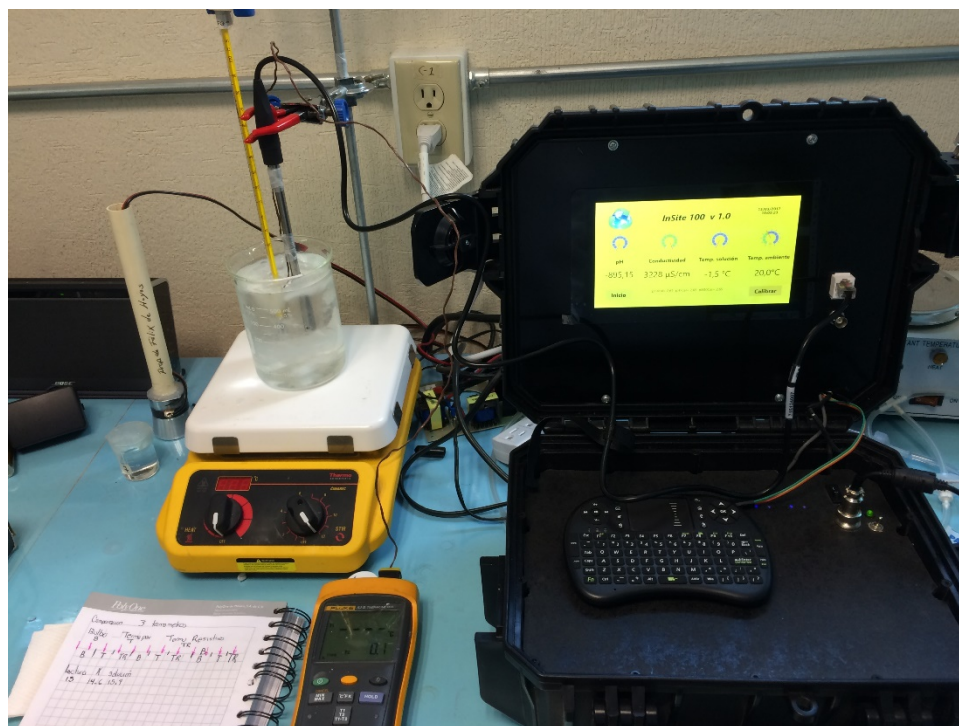


Figura 1.3. Termistor

La temperatura se midió usando un termistor marca Uxccl modelo a 14092200ux0209 perteneciente al dispositivo de medición, que en función de la resistencia eléctrica obtiene el valor de temperatura en grados centígrados. La ecuación usada fue la de Steinhart-Hard recomendada por AMETHERM en 2019 dando óptimos resultados para la obtención de los valores de temperatura.

1.7 Actividades de validación para el dispositivo de medición

1.7.1 Calibración

La calibración consiste en comparar el valor de medición de un instrumento con el valor de medición de un instrumento de referencia en determinadas

condiciones. Aspectos importantes de la calibración son la documentación de las desviaciones detectadas, el cálculo de la incertidumbre de medición resultante y la creación de un certificado de calibración sobre esta medición. La calibración de instrumentos contribuye en gran medida al aseguramiento de la calidad, así como a evitar productos inservibles, la necesidad de correcciones posteriores y reclamaciones. Por tanto, el uso de un instrumento calibrado supone una considerable contribución para mantener la calidad en todos los procesos, evitar retrasos por rediseños, la prevención de devoluciones, y la disminución de reclamaciones (TESTO, 2017).

Actualmente, se ha observado el incremento de laboratorios de calibración y ensayos, debido a la creciente demanda de prestación de servicios especializados. Dichos laboratorios deben garantizar la confiabilidad de los resultados emitidos y cumplir con los criterios de calidad establecidos por la Organización Internacional para la Estandarización en la norma ISO-17025; con el fin de mejorar sus herramientas de competencia frente a otros laboratorios que prestan los mismos servicios (Paniagua, 2015).

1.7.2 Verificación

En cuanto a la verificación, consiste en: “comparar las medidas proporcionadas por el instrumento con las de un equipo calibrado y de calidad metrológica igual o superior al equipo a verificar, con el fin de confirmar que el equipo mide con un error menor al especificado por el fabricante o menor del requerido para la realización de un determinado trabajo”. Es decir, al igual que con la calibración, se compara el instrumento, pero no se hace con patrones previos de referencia, sino que se hace de manera directa, con otro instrumento (previamente calibrado, claro está), para verificar que la calibración del primer instrumento es la correcta (Navarro, 2017). La verificación se lleva a cabo para comprobar que el equipo está dentro de los límites especificados (Rodríguez, 2001).

El área de proceso de verificación implica: preparación, realización e identificación de acciones correctivas. Ésta incluye la verificación del entregable final y de los subproductos parciales frente a todos los requerimientos seleccionados, incluyendo los requisitos del cliente y del equipo.

La verificación es un proceso continuo, debido a que ocurre durante todo un ciclo de vida de desarrollo y de los productos de trabajo, comenzando con la verificación de los requerimientos, progresando a través de la verificación de los entregables parciales según van evolucionando y culminando en la verificación del producto finalizado.

La verificación de los productos de trabajo incrementa sustancialmente la probabilidad de que el entregable final cumpla con los requerimientos del cliente, del producto y de los componentes del mismo. La verificación formal consiste en un conjunto de técnicas de comprobación formales que permiten demostrar si un dispositivo o equipo funciona correctamente (Puello, 2013).

1.7.3 Validación

La validación es la confirmación, a través del examen y el aporte de evidencias objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto, se refiere al grado en que el instrumento mide la variable que pretende medir. Se deben utilizar instrumentos de los cuales se sepa que miden, lo que pretenden medir, que son estables en el tiempo de aplicación; es decir que obtienen la misma información en intervalos determinados de aplicación.

El que un equipo sea aceptado o no, depende de la certificación que se le ha otorgado por parte de los organismos encargados de controlar el sector. La certificación de un equipo que permita su producción y comercialización depende principalmente del producto final obtenido y de los procedimientos aplicados en su diseño para la verificación y validación de dicho equipo, en los cuales deben ser aplicados los estándares vigentes. A nivel mundial la producción de dispositivos se ha incrementado debido al progreso científico y tecnológico de la industria. Los incidentes con dispositivos están relacionados con errores en el ensamble, supresión de alarmas, conexiones erradas, uso incorrecto en la selección de parámetros de uso, en la programación y en el monitoreo (Acevedo, 2015).

La validación proporciona confianza y seguridad, es importante familiarizarse con los términos asociados como: calibración, linealidad, precisión y exactitud (Transfusional, 2009).

Para el proceso de validación descrito por Duffau *et al.*, en 2010 presenta lo siguiente:

- Establecer plan de validación
- Desarrollo de pruebas de parámetros de validación
- Evaluación de resultados de la validación
- Informe de validación

1.8 Parámetros de validación

Los ensayos o mediciones realizadas serán con el fin de poder realizar las siguientes pruebas de parámetros de validación:

- Linealidad
- Sensibilidad
- Límites
- Exactitud
- Precisión
- Confiabilidad

1.8.1 Linealidad

La linealidad es la capacidad dentro de un determinado intervalo, de dar una respuesta o resultados instrumentales que sean proporcionales a la cantidad del analito que se analizará en la muestra de laboratorio. Con el fin de determinar el rango lineal, se realiza un gráfico de concentración vs respuesta, que se conoce como Función Respuesta (normalmente llamada recta de calibrado). Ésta se establece cada día con una cierta cantidad de valores formados por un blanco y los patrones de trabajos limpios de valor teórico conocido, que cubran el intervalo de trabajo.

1.8.2 Sensibilidad

La sensibilidad es el cociente entre el cambio en la indicación de un sistema de medición y el cambio correspondiente en el valor de la cantidad objeto de la medición. En una regresión lineal la sensibilidad corresponde a la pendiente (m)

de la recta de calibración. El valor de sensibilidad obtenido [m] debe permitir una adecuada discriminación de los valores de concentración en base a la lectura.

1.8.3 Límites

Se deben tener en consideración los siguientes parámetros: Límite máximo de cuantificación y Límite de cuantificación:

- a) Límite máximo de cuantificación: el valor de la concentración o cantidad neta que en caso de superarse da lugar a una probabilidad de error, ya que excede la concentración máxima cuantificable.
- b) Límite de cuantificación: es la concentración más baja a la cual el analito puede cuantificarse con una precisión y veracidad aceptables bajo las condiciones experimentales establecidas.

1.8.4 Exactitud

El término “exactitud”, esta aplicado a un conjunto de resultados de un ensayo, y supone una combinación de componentes aleatorios y un componente común de error sistemático. Cuando se aplica a un método de ensayo, el término “exactitud” se refiere a una combinación de veracidad y precisión.

1.8.5 Precisión

La precisión podrá establecerse en términos de repetibilidad y reproducibilidad. El grado de precisión se expresa habitualmente en términos de imprecisión y se calcula como desviación estándar de los resultados.

- a) Repetibilidad (de los resultados de mediciones): proximidad de la concordancia entre los resultados de las mediciones sucesivas del equipo en cuestión, con las mediciones realizadas con la aplicación de la totalidad de las siguientes condiciones (mismo procedimiento de medición, mismo analista, mismo instrumento de medición, mismo lugar, la repetición dentro de un periodo corto de tiempo).
- b) Reproducibilidad (de los resultados de mediciones): proximidad de la concordancia entre los resultados de las mediciones del equipo en

cuestión, con las mismas mediciones realizadas, haciendo variar las condiciones de medición (Duffau *et al.*, 2010).

1.8.6 Confiabilidad

La confiabilidad o fiabilidad, se refiere a la consistencia o estabilidad de una medida. Una definición técnica de confiabilidad que ayuda a resolver tanto problemas teóricos como prácticos es aquella que parte de la investigación de qué tanto error de medición existe en un instrumento de medición, considerando tanto la varianza sistemática como la varianza por el azar.

Dependiendo del grado en que los errores de medición estén presentes en un instrumento de medición, el instrumento será poco o más confiable. A partir de estas consideraciones, los autores definen la confiabilidad como la ausencia relativa de errores de medición en un instrumento de medida. Expresado más explícitamente, un puntaje observado o medido es la suma de un puntaje real o verdadero más un puntaje de error o error de medición.

Sin embargo, es de considerar que mientras la validez se refiere a que se mide lo que se desea medir, la confiabilidad se refiere a la exactitud con que un instrumento de medida mide lo que mide (Virla, 2010).

2. MÉTODO

Las actividades a desarrollar para la validación de un dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos, se muestran en el diagrama de flujo de la Figura 2.1.

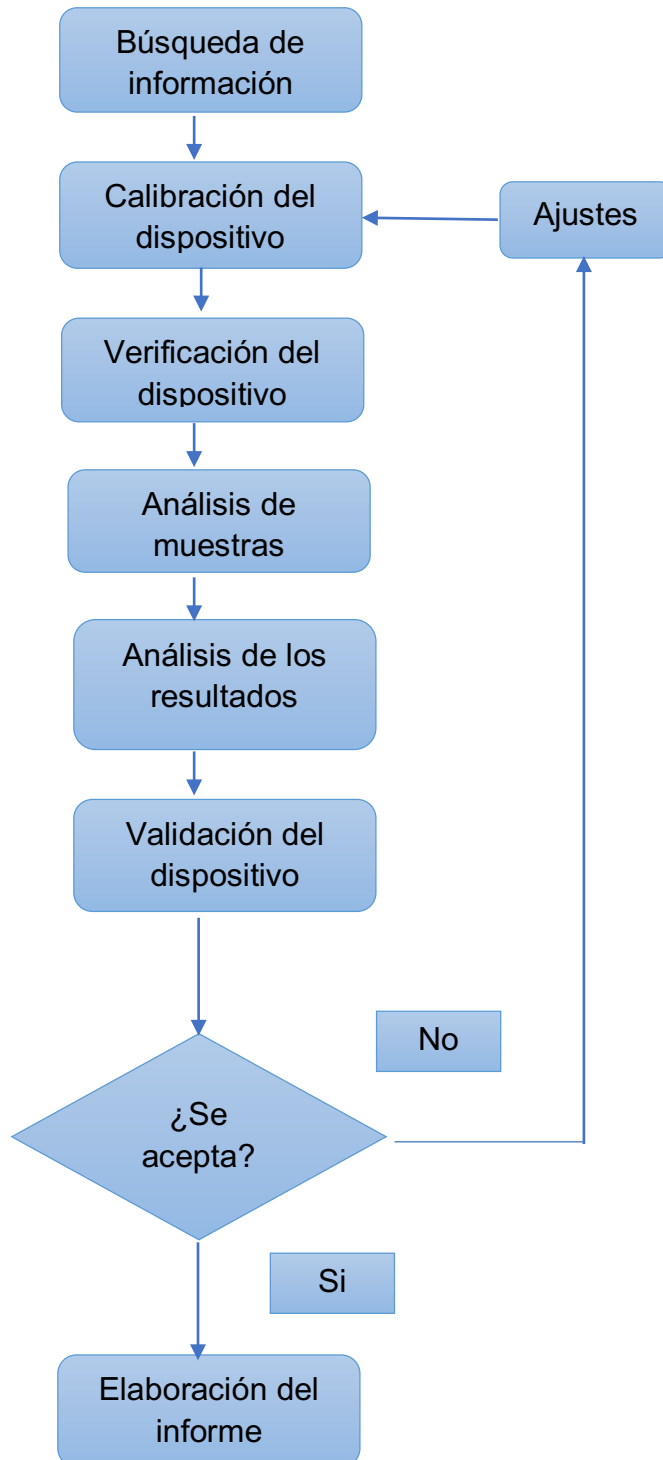


Figura 2.1. Algoritmo de validación propuesto

2.1 Búsqueda de información

Para la obtención de protocolos de validación a dispositivos que apliquen a estándares internacionales, es necesario realizar una revisión bibliográfica sobre la aplicación de la normatividad internacional en equipos o dispositivos, esta normatividad no sólo se constituye por regulación gubernamental, sino también por establecimientos y entidades independientes dedicados a realizar control y estandarización de normativas (Guerrero, 2016).

Tabla 2.1. Recopilación de normas nacionales

NMX-AA-007-SCFI-2013	Medición de la temperatura en aguas naturales, residuales y residuales tratadas
NMX-AA-008-SCFI-2016	Medición del pH en aguas naturales, residuales y residuales tratadas
NMX EC 17025 IMNC 2006	Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración

Tabla 2.2. Recopilación de documentación emitida por el Centro Nacional de Metrología

Evaluación de la incertidumbre en la medición	Guía para estimar la incertidumbre en la medición
Ensayo	Medición de pH
Ensayo	Temperatura en líquidos

3.2 Calibración del dispositivo

3.2.1 Calibración del sensor de pH

La calibración bajo condiciones especificadas establece en una primera etapa una relación entre los valores y sus incertidumbres de medida asociadas obtenidas, a partir de las indicaciones de los patrones de medida y las correspondientes incertidumbres.

Para poder hacer la calibración del dispositivo para la medición de pH es necesario disponer de:

- Disoluciones tampón de pH conocido con trazabilidad establecida e incertidumbre, además se debe tener en cuenta que el pH tiene un rango que va desde 0 a 14. Las disoluciones tampón que se utilizan son:
 - Buffer con $\text{pH} = 4,00 \pm 0,01$
 - Buffer con $\text{pH} = 7,00 \pm 0,01$
 - Buffer con $\text{pH} = 10,00 \pm 0,02$
- Agua desionizada
- Papel absorbente
- Vasos de precipitado de 50 mL o 100 mL

El proceso de calibración se inicia por la lectura del pH de las disoluciones, después se hace una nueva lectura de las disoluciones y finalmente se calibra el dispositivo.

Lectura inicial: esta lectura se debe hacer de preferencia con las disoluciones tipo Buffer con valores de pH 4, 7 y 10. Se toman los datos de pH que se registran en el instrumento y si se observan lecturas de pH diferentes a los valores de las disoluciones se procede a realizar un ajuste del dispositivo.

Lectura final: se procede a leer los valores de pH de las diferentes disoluciones de pH que se tienen para realizar el proceso de calibración. Se lee primero el pH de la disolución tipo Buffer de menor valor, procediendo a las de mayor valor, después se repite la serie entre 3 y 5 veces (Ortega, 2014).

En el caso de la calibración del sensor de pH se llevó a cabo mediante la NMX-AA-008-SCFI-2016, el ensayo de medición emitido por el Centro Nacional de Metrología y procedimientos como el de Ortega en 2014. Todos los experimentos se realizaron por triplicado.

3.2.2 Calibración del sensor de temperatura

Como lo indica la NMX-AA-007-SCFI-2013 el principio se basa en las propiedades eléctricas de los mismos con los que se realizará la medición; estas

propiedades son siempre las mismas para una temperatura dada, lo que permite graduar los instrumentos de medición.

Ésta actividad se realizó usando termómetros calibrados a los 0 °C, 10 °C, 20°C y 30 °C para obtener los valores de las resistencias proporcionadas por el termistor empleado, que serán entregadas en valores de grados centígrados en tiempo determinado. Los termómetros usados cuentan con un certificado de calibración. El tiempo utilizado para el cambio de temperatura fue de 3 minutos para la construcción de la curva de calibración. Los datos obtenidos en las pruebas fueron cada 0.1 °C.

3.2.3 Calibración del sensor de gases

La calibración de gases se hace al 0% de concentración (ACT_{LOW}) y al valor máximo esperado (SPAN) y el procedimiento es el siguiente:

La calibración de los sensores de gases a 0, se realizó inyectando gas de calibración a un flujo continuo de 0.5 L/min de N_2 nivel cromatográfico (99.99% de pureza), para obtener el valor mínimo que se tomara como referencia para cada gas (0% de concentración), almacenándose cada uno de estos valores en unas variables en la memoria del equipo $ACT_{LOW CO_2}$ y $ACT_{LOW CH_4}$. Para garantizar la calibración a CERO se analizaron 3 muestras y una réplica.

La calibración de los sensores de gases al SPAN, se realizó inyectando gas de calibración a un flujo continuo de 0.5 L/min de 50% CH_4 , 35% CO_2 y 15% de N_2 para obtener los valores máximos de cada gas, para que se tomara como referencia (50% CH_4 y 35% CO_2 de concentración), almacenándose cada uno de estos valores en unas variables en la memoria del equipo $ACT_{CAL CO_2}$ y $ACT_{CAL CH_4}$. Estos experimentos se realizaron por triplicado más una réplica (De Hoyos, 2018).

3.3 Verificación del dispositivo

La verificación permite realizar el chequeo interno entre calibraciones y comprobar el correcto funcionamiento de un equipo después de una revisión, ajuste o un periodo prolongado de uso. El resultado de una verificación,

generalmente “apto” o “no apto”, esto conlleva la decisión de aceptar el equipo para su uso, realizar ajustes, repararlo, ponerlo fuera de servicio o declararlo obsoleto. En todos los casos se requiere que se genere un informe por escrito con los resultados y decisiones tomados tras la verificación del mismo (De Monserrat *et al.*, 2014).

El *checklist* consiste en un rol de acciones y criterios, ordenados sistemáticamente, permitiendo al usuario registrar la presencia o ausencia de cada actividad descrita, de tal forma que todos los aspectos de aquella acción fueron tratados o completados. Se elaboró una lista de verificación para los procedimientos de uso para el dispositivo, cada actividad fue analizada y consensuada por todos los miembros del grupo de trabajo tomando como referencia la bibliografía consultada y los conocimientos propios. La lista de verificación contiene el mínimo de actividades imprescindibles, ordenadas por importancia y de forma secuencial, donde se comprobaron todos los puntos críticos en cada etapa del procedimiento de uso (Moreno & López, 2016).

3.4 Análisis de las muestras

Las muestras de concentración conocida se deberán analizar con otros equipos, así como con el dispositivo para la obtención de datos, el uso de la Normatividad vigente, ensayos y procedimientos será vital para el desarrollo de esta actividad; los análisis de las muestras que se llevaran a cabo son los siguientes:

- Medición de la temperatura
- Medición del pH
- Medición de gases CH₄ y CO₂

3.5 Análisis de los resultados

La evaluación de los resultados será con el uso de la estadística descriptiva, ya que es una forma simple y rápida de entender los datos obtenidos en las mediciones, es por medio que los parámetros reportados en base a los criterios recomendados por la Administración de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos (FDA) se aceptan o rechazan.

3.6 Validación del dispositivo

La validación de dispositivos y/o equipos en etapa de pre-mercado automáticos o semiautomáticos, es fundamental para los profesionales y para el público en general debido a la importancia creciente de la utilización de estos aparatos. Considerando que no existen protocolos disponibles para la validación de equipos próximos a salir al mercado, la creación de uno de estos aporta una simplificación en el método y supone un esfuerzo para facilitar la validación de las nuevas tecnologías o de los ya existentes (Acevedo *et al.*, 2015).

Existen 2 modalidades o tipos de validación en función de que se realice sobre un tipo de dispositivo u otro. Así, se definen la validación primaria y la secundaria. La validación primaria es un proceso exploratorio que tiene como meta establecer los límites operacionales y las características de desempeño del nuevo dispositivo, modificado o caracterizado en forma inadecuada. Debe dar origen a especificaciones numéricas y descriptivas para el desempeño e incluir una descripción detallada y precisa del equipo de interés.

La validación primaria va precedida de la elaboración de un esquema de ensayo especialmente diseñado. Corresponde con validación inicial que deben llevar a cabo los laboratorios y casas comerciales que diseñan un equipo, una prueba nueva o la unión en un solo protocolo de varios métodos normalizados o no. También corresponde con la caracterización que debe realizarse a una técnica que se desarrolla en un laboratorio para su propio uso *in house*.

La validación secundaria, revalidación, validación parcial o verificación se realiza cuando un laboratorio procede a implementar un dispositivo desarrollado en otra parte. Esta validación se centra en la reunión de evidencias acerca de que el laboratorio está capacitado para cumplir las especificaciones establecidas en la validación primaria. Algunos organismos lo denominan verificación y es la confirmación, mediante el aporte de pruebas objetivas, de que se cumplen los requisitos establecidos en las condiciones de uso de ese laboratorio. Se trata de la validación que hay que llevar a cabo cuando se introduce un dispositivo diagnóstico, método o prueba y que ya está validada primariamente por organizaciones internacionales. Normalmente la validación secundaria emplea

formas seleccionadas y simplificadas de los procedimientos empleados en la validación primaria, aunque posiblemente extendidas por un tiempo mayor (Camaró *et al.*, 2015).

En la validación primaria como lo menciona Camaró *et al.*, 2015 los parámetros de validación son analizados por un grupo multidisciplinario y conforme a investigaciones base como son la propuesta realizada por Transfusional en 2009, Acebedo en 2015, etc., se llegó a un acuerdo de los parámetros que debían presentarse. Los ensayos realizados con el fin de realizar las pruebas sobre los parámetros de validación son: linealidad, sensibilidad, límites, exactitud, precisión y confiabilidad. Y como lo menciona Bazán en 2016 estos parámetros fueron analizados aplicando criterios para la validación con el apoyo de las herramientas estadísticas para así concluir su aceptación.

En la conclusión de las actividades de validación, se debe preparar un informe final, éste informe debe resumir y presentar todos los protocolos y resultados, conteniendo conclusiones relacionadas con el estado de validación del proceso.

4. RESULTADOS

4.1 Calibración

La calibración del dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos se realizó conforme a la normatividad correspondiente.

4.1.1 Calibración del sensor pH y mediciones

El valor de pH de una medición depende de la temperatura debido al equilibrio de disociación. Por lo tanto, la temperatura de la muestra siempre debe ser reportada en conjunto con el pH de la muestra, aunque si el equipo cuenta con el factor de corrección o compensador de temperatura no es necesario reportar ambos datos como se reporta en la norma NMX-AA-008-SCFI-2011.

Los resultados obtenidos en la calibración del dispositivo para un valor de pH 4, 7, 10 se muestran en la Tabla 4.1. Las soluciones Buffer que se adquirieron fueron de la marca Hanna de pH 4, 7, 10 con ± 0.01 pH y los datos se obtuvieron en miliVolts. Se obtuvieron 100 datos en total para cada solución buffer.

Tabla 4.1. Calibración del equipo para el Buffer pH 4, 7, 10

pH	Promedio (Volts)	Desviación estándar	Error típico
4	3.5516	0.0133	0.0013
7	3.0386	0.0106	0.0011
10	2.5128	0.0270	0.0027

En las mediciones de los Buffers 4, 7, 10, se observa que el error encontrado es muy pequeño por lo cual el medidor de pH no alcanza a registrar las variaciones encontradas en la calibración, ya que los valores de las soluciones usadas no cambian.

La prueba se repitió con nuevas soluciones de pH=2.38, 4.01, 6.86, 9.18 y 12.5 cuyos resultados se muestran en la Tabla 4.2.

Tabla 4.2. Mediciones del dispositivo para soluciones

pH en soluciones	Promedio (pH)	Desviación estándar	Error típico
2.38	2.39	0.0020	0.0219
4.01	4.00	0.0022	0.0223
6.86	6.83	0.0023	0.0225
9.18	9.17	0.0019	0.0195
12.5	12.52	0.0024	0.0247

Los valores de las soluciones preparadas de pH 2.38, 4.01, 6.86, 9.18 y 12.5 se compararon con las obtenidas por el dispositivo de medición, y estos con el medidor de pH marca OHAUS modelo STARTER 3100. Se calibró el equipo OHAUS con las soluciones buffer de pH 4, 7, 10, dando un porcentaje de recobro del 98%, que para el medidor OHAUS es indicado automáticamente, cada medición obtenida se presenta en la Tabla 4.3.

Tabla 4.3. Comparación de mediciones del dispositivo vs el OHAUS

pH de soluciones	pH dispositivo	pH OHAUS
2.38	2.39	2.38
4.01	4.00	4.00
6.86	6.83	6.80
9.18	9.17	9.20
12.5	12.52	12.7

Se resaltan los valores de 6.80 y 12.7 obtenidos por el medidor OHAUS, los cuales son los que mayor variabilidad tienen en contra de los valores de pH de las soluciones preparadas. Como lo reporta Acevedo en 2015, es factible realizar una comparación metrológica con un dispositivo validado y ya existente en el mercado, lo cual es válido para la Administración de Alimentos y Medicamentos de los Estados Unidos (FDA).

4.1.2 Calibración del sensor de temperatura y mediciones

La norma mexicana NMX-AA-007-SCFI-2013 establece el método de prueba para la medición de la temperatura, cuando se usan instrumentos de medición directa o instrumentos que indican expansiones o fuerzas proporcionales en los cambios de temperatura, en aguas naturales crudas no salinas (epicontinentales, subterráneas y pluviales), en aguas salinas (marinas, costeras, de estuarios, esteros, marismas y subterráneas), aguas residuales crudas municipales e industriales y aguas residuales tratadas municipales e industriales en el intervalo comprendido entre 0 °C y 45 °C.

Para la presente investigación se usó el intervalo de 0 °C a 30 °C, siguiendo el procedimiento que indica la norma, se obtuvo la curva de calibración de temperatura, la cual se presenta en la Figura 4.1. Ésta se realizó con termómetros calibrados a los 0 °C, 10 °C, 20°C, y 30 °C, donde su paso fue de 1°C y cuentan con un certificado de calibración.

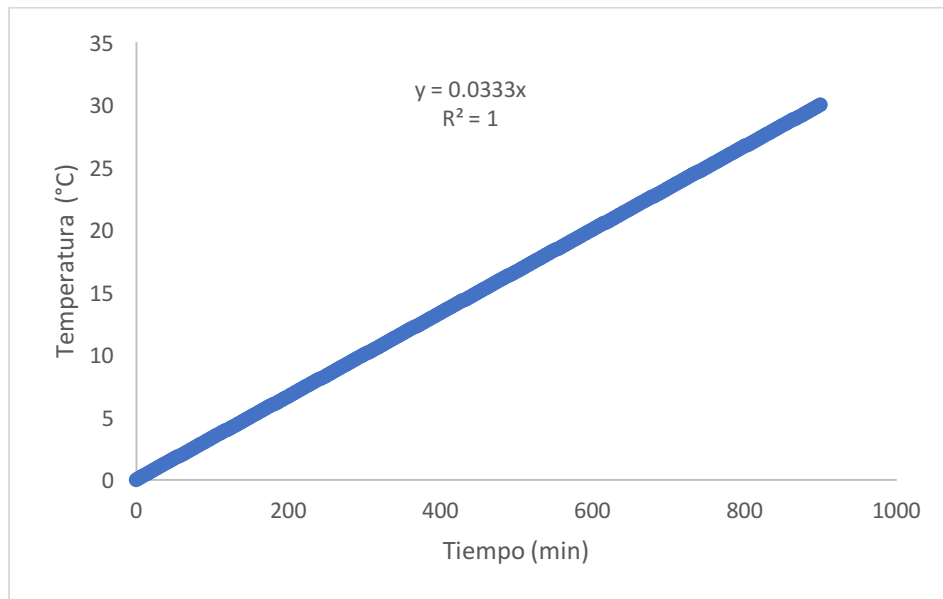


Figura 4.1. Curva de calibración de temperatura

El tiempo utilizado para el cambio de temperatura fue de 3 minutos, tanto para la construcción de la curva de calibración, así como para la obtención de las temperaturas del dispositivo de medición. Los datos obtenidos en las pruebas fueron cada 0.1 °C, para un total de 301 temperaturas registradas, realizando el experimento por triplicado. En la Figura 4.2. se presentan los valores de

temperatura del dispositivo a un tiempo determinado, de igual manera, el experimento se realizó por triplicado. El coeficiente de correlación $r^2=0.99998$ es bueno, aunque esto representa que aún hay variabilidad en los datos obtenidos.

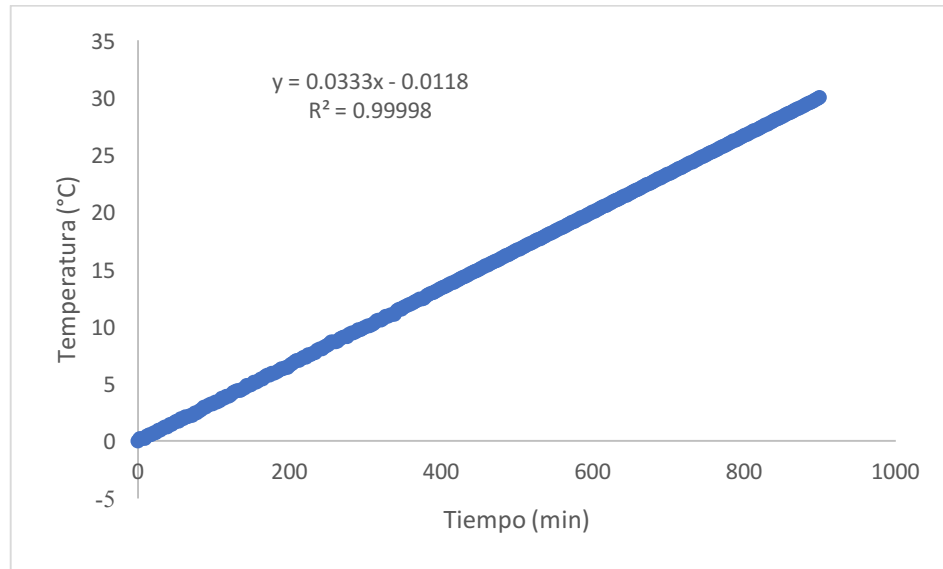


Figura 4.2. Tiempo vs temperatura del dispositivo

Con el fin de observar el comportamiento de las temperaturas del dispositivo (color azul) con respecto a la curva de calibración (color naranja), se compara la curva de calibración vs las temperaturas obtenidas por el dispositivo de medición, lo cual se muestra en la Figura 4.3.

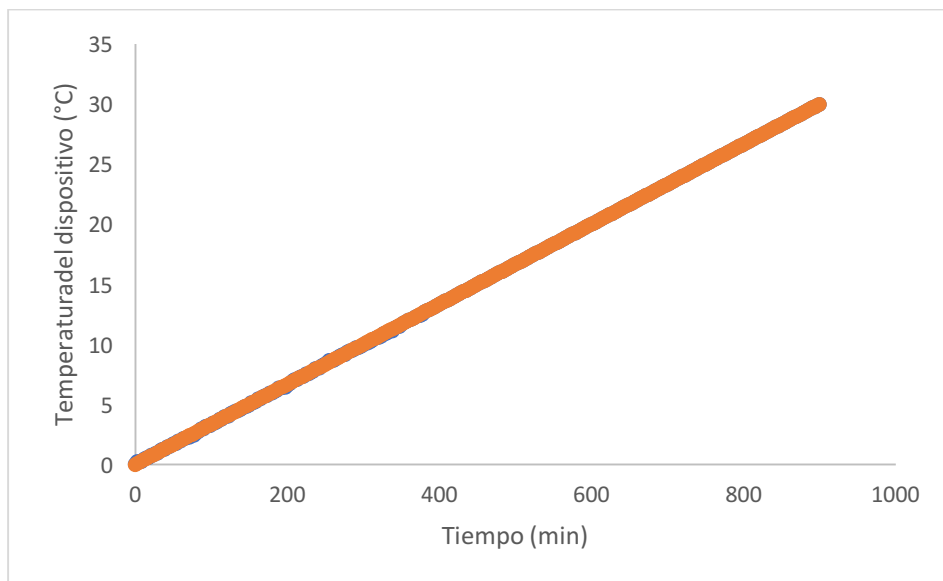


Figura 4.3. Curva de calibración vs temperaturas del dispositivo

Comparando las ecuaciones de la recta y las R^2 no son las mismas, Caballero en 2016 menciona que cuando se realizan mediciones, se debe estar consciente de que el valor indicado en el instrumento con que se mide y el verdadero valor de la magnitud, pueden presentar diferencias. Esto es lo que define como error de la medición atribuido principalmente al dispositivo de medición e identificado principalmente a las características propias del dispositivo.

4.1.3 Calibración del sensor de gases y mediciones

Los sensores de gases Infrarrojo no dispersivo (IRND) son los que tienen mejor respuesta para medir gases analíticamente y en concentraciones de 0 a 100% V/V. Aunque hay en el mercado sensores múltiples en uno solo, no hay específicamente para CH_4 , CO_2 y NH_3 .

La calibración de gases se hace al 0% de concentración (ACT_{LOW}) y al valor máximo esperado (SPAN) y el procedimiento es el siguiente:

La calibración de los sensores de gases a 0, se realizó inyectando gas de calibración a un flujo continuo de 0.5 L/min de N_2 nivel cromatográfico (99.99% de pureza), para obtener el valor mínimo que se tomará como referencia para cada gas (0% de concentración), almacenándose cada uno de estos valores en unas variables en la memoria del equipo $\text{ACT}_{\text{LOW CO}_2}$ y $\text{ACT}_{\text{LOW CH}_4}$. Para garantizar la calibración a CERO se analizaron 3 muestras y una réplica, los resultados se observan en la Tabla 4.4.

Tabla 4.4. Valores para calibración a CERO

Gas de calibración $\text{N}_2=99.99\%$ y $T=25^\circ\text{C}$							
Detector	Muestra 1 promedio (mV)	Muestra 2 promedio (mV)	Muestra 3 promedio (mV)	Muestra 4 promedio (mV)	Promedio	Desviación estándar	Error típico
$\text{ACT}_{\text{low CO}_2}$	74	74	72	74	73.5	1	0.5
$\text{ACT}_{\text{low CH}_4}$	102	102	103	102	102.25	0.5	0.25

La calibración de los sensores de gases al SPAN, se realizó inyectando gas de calibración a un flujo continuo de 0.5 L/min de 50% CH_4 , 35% CO_2 y 15% de N_2 para obtener los valores máximos de cada gas, para que se tomara como

referencia (50% CH₄ y 35% CO₂ de concentración), almacenándose cada uno de estos valores en unas variables en la memoria del equipo ACT_{CAL} CO₂ y ACT_{CAL}CH₄. Para garantizar la calibración a SPAN se tomaron 4 muestras, los resultados se muestran en la Tabla 4.5.

Tabla 4.5. Calibración a máxima concentración SPAN

Gas de calibración CH ₄ =50%, CO ₂ =35% y T=25°C							
Detector	Muestra 1 promedio (mV)	Muestra 2 promedio (mV)	Muestra 3 promedio (mV)	Muestra 4 promedio (mV)	Promedio	Desviación estándar	Error típico
ACT _{cal} CO ₂	30	30	32	30	30.5	1	0.5
ACT _{cal} CH ₄	74	74	72	74	73.5	1	0.5

Para probar que la calibración y la operación del dispositivo fue la correcta, se tomaron 4 muestras de una mezcla de gases con el CH₄=25%, CO₂=17.5%, N₂=57.5% y T=25°C, los resultados se presentan en la Tabla 4.6.

Tabla 4.6. Mediciones del sensor con gas de prueba para CH₄ y CO₂

Mezcla de gases CH ₄ =25%, CO ₂ =17.5%, N ₂ =57.5% y T=25°C								
	Muestra 1 promedio (% V/V)	Muestra 2 promedio (% V/V)	Muestra 3 promedio (% V/V)	Muestra 4 promedio (% V/V)	Promedio	Desviación estándar	Error típico	Error (%)
Concentración CH ₄	22.55	24.85	24.85	24.85	24.275	1.15	0.575	2.9
Concentración CO ₂	16.84	17.35	17.35	17.35	17.2225	0.225	0.1275	1.58
								2.24

Las mediciones efectuadas para la calibración se compararon con el cromatógrafo Agilent 7890B, por lo cual no se reportan mediciones a diferentes concentraciones como en el caso de pH, esto debido al costo que implicaba. Sin embargo, debido a que el proceso de validación es flexible y es una propuesta modificada, permite garantizar que los datos obtenidos en las mediciones son de calidad metrológica. Siguiendo el criterio de Acevedo en 2015, a pesar de que sea una calibración se hace una comparación permitida con un dispositivo ya validado.

Se observa que las mediciones obtenidas por el dispositivo tienen un error promedio de 2.24%, para las mediciones de gases. Y en donde el primer valor obtenido para metano y dióxido de carbono es el que más se dispersa del resto de los datos, este valor puede considerarse como un error aleatorio, ya que el análisis se realizó bajo las mismas condiciones y por el mismo analista.

4.2 Verificación

La verificación del dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos se realizó una vez calibrado, que en base al funcionamiento y uso, se procedió a determinar si el dispositivo es apto para realizar las mediciones correspondientes.

La lista de verificación debe usarse consistentemente para que sea un instrumento útil, que transforme la asistencia del uso del dispositivo de medición basado en pruebas y lleve a una mejor práctica a la hora de su uso. El *checklist* como lo menciona, consiste en un rol de acciones y criterios, ordenados sistemáticamente, permitiendo al usuario registrar la presencia o ausencia de cada actividad descrita, de tal forma que todos los aspectos de aquella acción fueron tratados o completados. La cual contiene el mínimo de actividades imprescindibles, ordenadas por importancia y de forma secuencial, donde se comprobaron todos los puntos críticos en cada etapa del procedimiento de uso. (Moreno & López en 2016).

En la Tabla 4.7. se presenta una checklist genérica que se usó para verificar el correcto funcionamiento del dispositivo, tanto para la medición de gases como pH el valor de la temperatura de la solución y la temperatura ambiental es un valor que se presenta en la pantalla del dispositivo.

La verificación del dispositivo para mediciones de los gases, pH y temperatura, va de la mano con las actividades de calibración, medición y la propia validación. Los criterios críticos analizados en la checklist del dispositivo, permitieron la mejora continua. La decisión se toma una vez analizando los parámetros de validación de exactitud y precisión.

Tabla 4.7. Criterios críticos para la verificación del dispositivo

Actividad	Cumple	No cumple	Observaciones
Carga de baterías	SI		Cargar todo un día previo a usar el dispositivo
Conectado de las baterías	SI		Respetar los polos indicados (+ y -)
Fácil encendido	SI		Se mejoró el tiempo de encendido
Fácil acceso al menú	SI		Sencillo y fácil de usar
Opciones del submenú(Calibración)	SI		Sencillo y fácil de usar
Mediciones	SI		La lectura es arrojada al momento que se estabiliza el valor en la pantalla
Salida	SI		Fácil salida del modo de medición de los parámetros seleccionados
Apagado	SI		Rápido

4.3 Validación

La validación dispositivo para la medición *in situ* de CH₄, CO₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos se realizó una vez calibrando, y efectuando las mediciones para la obtención de los datos, los criterios aplicados para la toma de decisiones, se realizaron en base a la estadística descriptiva y a los parámetros aplicados en la validación de métodos. En esta etapa del proceso de validación la obtención de datos para pH y temperatura es grande, por lo que para cada medición se decidió trabajar con un total de 100 datos, esto recomendado por Prada *et al.*, en 2014 que nos dice que la selección de un mayor tamaño de muestra mejora la fiabilidad del proceso.

4.2.1. Linealidad

La linealidad en las pruebas de validación realizadas en la experimentación para los parámetros de temperatura y pH se presentan a continuación. En la Tabla 4.8. se presentan los valores de R² y la pendiente tanto para la curva de calibración como para las mediciones efectuadas para pH.

Tabla 4.8. Linealidad del pH

pH	R ²
Curva de calibración	1
Mediciones	0.99998

Haciendo una comparación entre los valores obtenidos en la curva de calibración vs las mediciones obtenidas, se aprecia claramente que las mediciones se dispersan ligeramente de la curva de calibración. En la Figura 4.4. se muestran los valores de R² y la pendiente de las mediciones efectuadas por el dispositivo para pH.

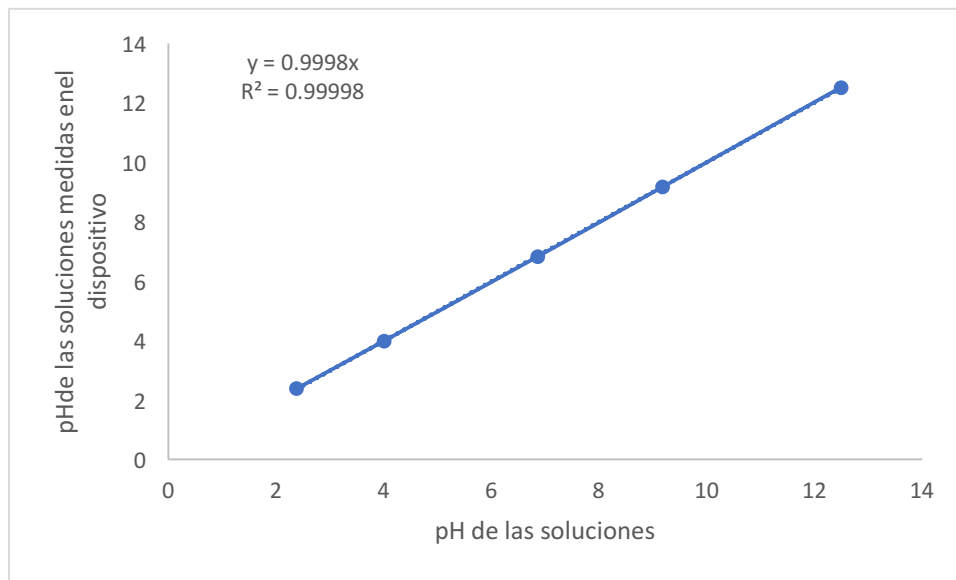


Figura 4.4. Linealidad del pH

Como se aprecia el valor de $R^2=0.9998$ para la linealidad de pH cumple con el criterio de Guerrero & Herrera en 2016, el cual establece una $R^2 \geq 0.99$. En la Tabla 4.9. se presentan los valores de R² y la pendiente tanto para la curva de calibración como para las mediciones efectuadas para temperatura.

Tabla 4.9. Linealidad de la temperatura

Temperatura	R ²
Curva de calibración	1
Mediciones	0.99998

Siguiendo el criterio de Guerrero & Herrera en 2016 para la linealidad, se observa que el $R^2=0.9998$ para ambos casos es el mismo, por lo cual se acepta.

Para el caso de las mediciones de gases no se logró obtener la linealidad, debido a que las mediciones se realizan en valores puntuales, por este motivo se presenta un parámetro que no se contempla, el cual es el porcentaje de recuperación que es un criterio aceptado para métodos cromatográficos.

Tabla 4.10. Porcentajes de recuperación obtenidos para gases

Mezcla de gases CH ₄ =25%, CO ₂ =17.5%, N ₂ =57.5% y T=25°C			
	Promedio	Valor referencia	% R
Concentración CH ₄	24.27	25	97.10
Concentración CO ₂	17.22	17.5	98.41

Guerrero & Herrera en 2016 mencionan que el rango de porcentajes de recuperación debe estar comprendido entre el 98% y 102%, siendo las mediciones efectuadas para el metano las que no cumplen para este criterio.

4.2.2 Sensibilidad

Para pH y temperatura la sensibilidad representa la pendiente de la recta de las mediciones, estos valores deben permitir la adecuada discriminación de los valores en base a las lecturas obtenidas.

Una pendiente observada en este tipo de experimentos considerada ideal es $m=1$ para el caso del pH, la cual se obtuvo en las calibraciones efectuadas, comparado este valor con la pendiente obtenida de $m=0.9998$ indica que hay valores que presentar variabilidad con respecto valor de referencia. Analizando los datos de pH se presentaron en la Tabla 4.2 se observa que las mediciones si presentan dispersión esto se ve reflejado en la desviación estándar.

En el caso de las pendientes obtenidas para la temperatura no se observa cambios, permaneciendo constantes, esto no quiere decir que no haya variabilidad en los datos, esto se aprecia mejor en la linealidad donde las R^2 obtenidas si cambian. De igual forma analizando los datos se encontró los puntos en donde hay mayor variabilidad en los datos, los cuales no pueden ser discriminados, ya que re reviso la calibración, se efectuaron las mediciones y los datos presentaron las mismas medidas de dispersión.

4.2.3 Límites

Los límites se calibraron a valores de temperatura a partir de los 0°C hasta los 30°C para proporcionar mediciones confiables y corregir las dispersiones observadas a lo largo del trayecto de 0°C a 30°C, ya que estas temperaturas se garantizan que se aproximan a los valores de la curva de calibración.

El pH es el único parámetro que no presenta desviaciones significativas tanto para valores cercanos a 14 y próximos a 0 de pH, el dispositivo fue verificado para valores cercanos a 2 y 12 de pH, esto debido a que existía un vacío de 0 a 4 y de 10 a 14 en la escala del pH, dejando incertidumbre en este rango.

Para gases en concentraciones % V/V de los sensores de gases infrarrojo no dispersivo (IRND) se logró establecer en base a criterios de diseño y experimentación que para el CH₄ su límite comprende los valores de 0 a 20% V/V y para el CO₂ de 0 a 20% V/V de concentración.

4.2.4 Exactitud

Los valores de error relativo porcentual, en el caso de la exactitud, deben estar por debajo del 15%, lo que cumple con los criterios de aceptación recomendados por la FDA (Cáceres *et al.*, 2016). Se procedió a una revisión de cada uno de los datos obtenidos en las mediciones, con el fin de conocer que valores se encuentran fuera de este criterio, se efectuó para pH, temperatura y gases. La temperatura es la que presenta mayor variabilidad en la obtención de datos como se aprecia en la Tabla 4.11.

Tabla 4.11. Error relativo porcentual para temperatura

Temperatura real	Temperatura promedio	% ER
0	0.014	Indeterminado
0.1	0.184	84
0.2	0.228	14
0.3	0.265	11.67
0.4	0.435	8.75
0.5	0.535	7

Los valores que presentan una mayor variabilidad son las lecturas a 0°C y 0.1°C, ya que en dichos valores se rebasa el 15% como lo indica Cáceres *et al* en 2016, cuyo valor está recomendado por la FDA. Obsérvese que el error reportado para la lectura de 0°C se presenta como indeterminado ya que para obtener el valor de error relativo porcentual se realiza una división entre 0.

Se procedió a revisar la calibración encontrándose que la ecuación de Steinhart-Hard teóricamente entrega datos exactos y precisos, esto determinado a partir de aplicar los criterios de Cáceres *et al* en 2016, se efectuaron replicas en la obtención de los datos por mediciones en el dispositivo, se verifico y los datos presentaron los mismos valores. Para este criterio de error relativo porcentual las réplicas presentaron una oscilación entre el rango de 0 a 0.02 en los valores obtenidos.

4.2.5 Precisión

Los valores del porcentaje del coeficiente de variación, en el caso de la precisión, deben estar por debajo del 15%, lo que cumple con los criterios de aceptación recomendados por la FDA (Cáceres *et al.*, 2016). La temperatura es la que presenta mayor variabilidad en la obtención de datos como se aprecia en la Tabla 4.12.

Tabla 4.12. Porcentaje del coeficiente de variación para temperatura

Temperatura real	Temperatura promedio	%CV
0	0.014	65.76
0.1	0.184	30.02
0.2	0.228	8.08
0.3	0.265	8.69
0.4	0.435	5.29
0.5	0.535	4.30

Los valores que presentan una mayor variabilidad son las lecturas a 0°C y 0.1°C, ya que en dichos valores se rebasa el 15% como lo indica Cáceres *et al* en 2016, cuyo valor está recomendado por la FDA. Obsérvese que el reportado del porcentaje del coeficiente de variación para la lectura de 0°C es el valor que tiene

la variabilidad mayor seguido de la lectura de 0.01°C, ambos valores se rechazan por ser mayores al 15% recomendado.

De igual forma se procedió a revisar la calibración, verificación, se efectuaron las mediciones y se repitió la obtención de este criterio, encontrándose que el error es propio del dispositivo.

4.2.7 Confiabilidad

La confiabilidad se refiere a la exactitud con que un instrumento de medida mide lo que se pretende medir (Virla, 2010). Y siguiendo el criterio de Cáceres *et al* en 2016, el cual enuncia que para medición de la exactitud se emplea el error relativo porcentual, se presenta la Tabla 4.13. la cual contiene los promedios del error relativo porcentual obtenidos en las mediciones efectuadas por el dispositivo.

Tabla 4.13. Error relativo porcentual para las mediciones

Parámetro		Error relativo porcentual promedio
Temperatura		0.8164
pH		0.2752
Gases	CO ₂	1.5857
	CH ₄	2.9

Los valores que presentan una mayor variabilidad son las lecturas de CO₂ y CH₄, aunque estos valores no rebasan el 15% como lo indica Cáceres *et al* en 2016, cuyo valor está recomendado por la FDA. Obsérvese el valor del metano, ya que es el que más error relativo porcentual posee.

Informe de validación

El informe de validación se presenta en función del porcentaje del coeficiente de variación y al error relativo porcentual, en donde se resumen y presentar todos los protocolos y resultados, conteniendo conclusiones relacionadas con el estado de validación del proceso.

En la Tabla 4.14. se presentan los resultados obtenidos para las mediciones de pH, temperatura, CH₄ y CO₂.

Tabla 4.14. Resultados de la validación

Parámetro		% Coeficiente de variación promedio	Error relativo porcentual promedio
Temperatura		0.6935	0.8164
pH		0.0424	0.2752
Gases	CO ₂	1.3062	1.5857
	CH ₄	4.7373	2.9

Para mediciones de gases por cromatografía se aplica el criterio de Carballoso *et al* en 2016, el cual enuncia que los valores del porcentaje del coeficiente de variación para métodos cromatográficos que no deben exceder el 2%, el cual para el valor obtenido por las mediciones de metano es muy alto por lo que se rechaza.

El resto de los valores no rebasan el 15% como lo indica Cáceres *et al* en 2016, cuyo valor está recomendado por la FDA, aceptándose las mediciones y garantizando su confiabilidad.

El dispositivo de medición es apto para efectuar mediciones de temperatura, pH, y CO₂, siendo exactos y precisos, la repetitividad de la metodología fue confirmada por valores de correlación altos (R= 0,99) usando el criterio de Jones & Doust en 2017, así mismo cumple con lo mencionado por Carballoso *et al* en 2016 el cual menciona que el valor del coeficiente de variación debe ser menor que 2%.

Paisan & Moret en 2016 enuncian que la reproducibilidad se define como la proximidad de concordancia entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mensurando bajo condiciones de medición que cambian, siguiendo este criterio se variaron las temperaturas de medición en caso del pH, para temperatura se modificó el tiempo de obtención de las mediciones, y para las mediciones de gases se realizaron por diferentes analistas. Hecho esto se obtuvo los mismos resultados, para el caso de la medición de gases la limitante fue el costo del gas de referencia nivel cromatográfico de alta pureza, ya que el costo es elevado.

CONCLUSIONES

El dispositivo de medición no es apto para realizar mediciones de metano, ya que el criterio de Caballaroso enuncia que los valores del porcentaje del coeficiente de variación para métodos cromatográficos debe ser menor al 2%, por lo que el 4.7373 obtenido por el dispositivo se encuentra fuera del valor por lo que se rechaza.

En las etapas de diseño y construcción del dispositivo de medición, se seleccionaron los sensores de pH y temperatura, los acondicionadores de señales, así como el sistema de adquisición de datos, se construyeron los sensores de gases, todos estos de alta calidad. Con el dispositivo de medición es posible adquirir mediciones muy precisas y exactas para: pH, temperatura y CO₂ en comparación con otros medidores existentes.

A pesar de que no existen protocolos de validación disponibles, y los que hay son demasiados confusos o en el mejor de los casos confidenciales, la creación de un método de validación como el presentado, supone un esfuerzo más para facilitar la validación primaria de nuevas tecnologías, ya que se busca apoyo en otros países o en su defecto por organizaciones dedicadas a la validación, haciendo que el costo de estas tecnologías incremente de manera considerable.

La confiabilidad global del dispositivo de medición a través del análisis riguroso de los datos es de 94.42%, que se asemeja al reportado por el fabricante el cual reporta un 95%.

Finalmente, desde el punto de vista económico, una validación como ésta se puede efectuar a un coste relativamente bajo, la implementación de este tipo de metodología, considerada en la mayoría de los casos alta en coste-efectividad, influye directamente en la reducción de los gastos.

FUENTES DE CONSULTA

Acevedo López, J., Saldarriaga Herrera, N., & García, J. H. (2015). Protocolos para validación de tecnología médica. *Revista Ingeniería Biomédica*, 9(18), 145-151.

Añazco Villarreal, L. A. (2015). Diseño del prototipo de un sistema de adquisición de datos para el monitoreo y control de experimentos químicos, mediante el uso de sensores y microcontroladores (Bachelor's thesis, Quito: Universidad de las Américas, 2015).

Areny, R. P. (2004). *Sensores y acondicionadores de señal*. Marcombo.

AMETHERM. Circuit Protection Thermistors. (2019). Diseño de un controlador límite y ventilador del horno mediante un termistor NTC y un microcontrolador de Arduino. Recuperado de: <https://www.ametherm.com/blog/thermistors/designing-AMETHERM-Circuit-Protection-Thermistors>. (2019). Diseño de un controlador de -a-furnace-fan-and-limit-controller-using-an-ntc-thermistor-and-an-arduino-micro-controller/

Bazán López, C. D. J. (2016). Validación y verificación de métodos de ensayo, en la empresa Molitalia SA. (Tesis de Licenciatura). Universidad Privada del Norte, Lima-Perú.

Cáceres, D. H., Zapata, J. D., Granada, S. D., Cano, L. E., & Naranjo, T. W. (2016). Estandarización y validación en Colombia de una metodología basada en HPLC para la determinación de la concentración sérica de posaconazol. *Revista iberoamericana de micología*, 33(4), 230-236.

Caballero, J. (2016). ESCALA INTERNACIONAL DE TEMPERATURA ENTRE 13, 81 KY 273, 15 K. *Contribuciones Científicas y Tecnológicas*, (67).

Camaró-Sala, M. L., Martínez-García, R., Olmos-Martínez, P., Catalá-Cuenca, V., Ocete-Mochón, M. D., & Gimeno-Cardona, C. (2015). Validación y verificación analítica de los métodos microbiológicos. *Enfermedades Infecciosas y Microbiología Clínica*, 33(7), e31-e36.

Carabaloso-Noa, I. M., Calvo-Alonso, A. M., de la Torre-López, J. B., Quintana-Fernández, A., Quiñones-García, Y. A., & Norman-Montenegro, O. (2016). Validación y cálculo de la incertidumbre del resultado de la técnica cromatográfica para determinar G-1 y MBr en lotes de Furvina. *Revista Cubana de Química*, 28(3), 818-833.

Carabias, J., and R. Landa. 2005. *Agua, medioambiente, y sociedad: hacia la gestión integral de los recursos hídricos en México*. Universidad Autónoma de México, El Colegio de México, y Fundación Río Arronte, México, D.F.

Castillo Chavarría, M. H., Martínez Martínez, S. I., & Pérez Luna, A. I. (2015). Prototipo de un sistema para la medición de sustancias y contaminantes en el agua.

Comisión Nacional del Agua. (2017). *Las propiedades del agua*. Recuperado de: <https://www.gob.mx/conagua/articulos/las-propiedades-del-agua>

Creus, Antonio. (2011). *Instrumentación industrial*. Distrito Federal, México: Alfaomega Grupo Editor, S.A. de C.V.

Curiel, C. H., Baltazar, V. H. B., & Pacheco, J. H. (2015). Desarrollo de un Sistema de Medición del pH del Agua a través de una Red de Sensores Inteligentes. Recuperado de: http://www.irsitio.com/refbase/documentos/225_HernandezCuriel+Benitez2015.pdf

De la Peña, M. (2013): *Tratamiento de aguas residuales en México*. – Banco Interamericano de Desarrollo, Sector de Infra-estructura y Medio Ambiente: 42.

Duffau, B., Rojas, F., Guerrero, I., Roa, L., Rodríguez, L., Soto, M., & Sandoval, S. (2010). Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición. Aspectos generales sobre la validación de métodos. Santiago de Chile: Departamento de salud ambiental. Instituto de Salud Pública.

Garbisu C., Amézaga I. & Alkorta I. (2002). *Biorremediación y Ecología*. Recuperado de www.aeet.org/ecosistemas/023/opinion1.htm

García, G. M., y Martínez, P. C. C. (2009). Escenario del agua en México. CULCyT: Cultura Científica y Tecnológica, 30. 31-40.

García-Galindo, O., Pedroza-Sandoval, A., Chávez-Rivero, J. A., Trejo-Calzada, R., & Sánchez-Cohen, I. (2015). Evaluación de fuentes de materia orgánica fecal como inóculo en la producción de metano. Tecnología y ciencias del agua, 6(2), 35-49.

Garín Campos, A. (2017). Diseño e implementación de un analizador de gases para automóviles (Tesis de Licenciatura). Instituto Tecnológico de Costa Rica, Cartago-Costa Rica.

Guerrero, M., & Herrera, J. (2016). Desarrollo, validación y estimación de incertidumbre de un método cromatográfico para determinar residuos de plaguicidas organofosforados y cipermetrina en tomate. Revista Científica Agua y Conocimiento, 2(1), 19-33.

Guerrero Valencia, J. C. (2016). Diseño e implementación de protocolos de validación para equipos médico/quirúrgicos de monitoreo y control.

De Hoyos Vázquez, F.F. (2018). Dispositivo para la evaluación *in situ* de CH₄, CO₂, O₂, NH₃, pH y temperatura en sedimentos. (Tesis Doctorado). Instituto Tecnológico de Toluca. Toluca, México.

Jones, A. M., & Doust, J. H. (2017). La Carrera en Cinta Rodante con Pendiente de 1% Refleja con Gran Precisión el Costo Energético de la Carrera al Aire Libre-International Endurance Work Group. PubliCE.

Manahan, S. (2006). Introducción a la Química Ambiental. D.F. México: Reverté S.A.

Marini, S., Oliva, A., & Grigioni, L. (2016). 7402-16 FISICA IV Cap III Temperatura y Dilatación.

Molina, J. (2015). Acreditación de la competencia de un laboratorio de metrología dimensional: normas y requisitos. CULCyT, (19).

De Monserrat Vallvé, J., Pozo, M. S., Cebeira, J. M., Olmedo, M. S., & Alcalá, J. C. (2014). Calibración y verificación de equipos en el laboratorio de seminología y embriología. Primera parte. Aspectos generales, microscopía óptica y cámaras de recuento.

Moreno, C. H., & López, L. E. W. (2016). Diseño de listas de chequeo para la aplicación de las guías de buenas prácticas de seguridad del paciente (Doctoral dissertation, Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Ciencias de la Salud. Especialización en Gerencia en Sistemas de Salud).

Navarro, F. (2017). Metrología: Diferencias entre Calibración y Verificación de Equipos. Recuperado de: <http://revistadigital.inesem.es/gestion-integrada/metrologia-calibracion-y-verificacion/>

Orta L., (2002). Contaminación de las aguas por plaguicidas químicos. La Habana., Cuba: Instituto de Investigaciones de Sanidad Vegetal.

Ortega, C., & Marcela, D. (2014). Manual de procedimientos para la verificación/calibración de instrumentos y equipos del laboratorio clínico (Bachelor's thesis, Universidad Autónoma de Occidente).

Ocampo A., y Pérez M. O., (2013), Operación y Mantenimiento de Plantas de Tratamiento de Aguas Residuales con el Proceso de Lodos Activados. Jalisco., México: Comisión Estatal de Agua de Jalisco.

Paisan, Y. P., & Moret, J. P. (2016). La repetibilidad y reproducibilidad en el aseguramiento de la calidad de los procesos de medición. Tecnología química, 30(2), 117-121.

Paniagua S., (2015). Metodología para la validación de una escala o instrumento de medida. Universidad de Antioquia. Facultad Nacional de Salud Pública. Medellín, Colombia.

Pérez, L., Pastor, F., Pedraza, C., Hernández, J., & Ibáñez, I. (2016). Confiabilidad metrológica de un manómetro tipo bourdon para aplicaciones en procesos de transferencia de calor. In Simposio CENAM.

Prada de Medio, E., Blázquez Sánchez, R., Perich Alsina, C., Gutiérrez Bassini, G., Pineda Tenor, D., Álvarez Ríos, A. I., Bauzá, F. R. (2014). Verificación de la intercambiabilidad de resultados entre equipos duplicados. *Revista Del Laboratorio Clínico*, 7(1), 17–24. doi:10.1016/j.labcli.2014.02.004

Prieto-García, J. O., Quintana-Puchol, R., Rodríguez-Díaz, J., Arteaga-Pérez, L. E., & Mollineda-Trujillo, Á. (2015). Estudio termodinámico de la adsorción de amoniaco en ceniza de bagazo de caña de azúcar. *Revista Cubana de Química*, 24(2), 181-184.

Prosperi, C. (2002). Los microorganismos y la evaluación de la calidad de agua. *Revista Estructplan online* (www.estrucplan.com.ar).

Puello, O. (2013). Modelo de verificación y Validación basado en CMMI. *Investigación e Innovación en Ingenierías*, 1(1).

Rodríguez, E., Miguel, A., & Sánchez, M. C. (2001). Gestión de mantenimiento para equipos médicos. *Ingeniería Electrónica, Automática y Comunicaciones*, 1.

Rodríguez-Pimentel, R. I., Rodríguez-Pérez, S., Monroy-Hermosillo, O., & Ramírez-Vives, F. (2015). Producción de metano a partir de la mezcla del lixiviado de residuos sólidos urbanos y el agua residual municipal. *Revista Cubana de Química*, 27(3), 243-251.

Schmid, W. A., & Lazos, R. (2000). Guía para estimar la incertidumbre de la medición. Centro nacional de Metrología (Abril 2004).

Severiche C. A., Castillo M. E., y Acevedo L., (2013), *Manual de Métodos Analíticos para la Determinación de Parámetros Físicoquímicos Básicos en Aguas*. Cartagena de Indias., Colombia: Fundación Universitaria Andaluza.

TESTO, S.A. (2017). Calibración y validación. Barcelona, España. Recuperado de: https://www.testo.com/ES/calibracionyvalidacion/calibration_and_official_calibration.

Toledo, A. 2002. El agua en México y el Mundo. *Gaceta Ecológica-Instituto Nacional de Ecología* (México) No. 64: 9-18

Torres, J. S. M., & MECANICA, E. D. T. (2016). Diseño de una estación didáctica para el control de temperatura mediante un controlador industrial (Doctoral dissertation, Universidad Tecnológica de Pereira. Facultad de Tecnologías. Tecnología Mecánica).

Transfusional, A. C. (2009). Validación y verificación de métodos de laboratorio aplicados al Banco de Sangre. *Rev Mex Med Tran*, 2(1), 20-29.

Virla, M. Q. (2010). Confiabilidad y coeficiente Alpha de Cronbach. *Telos*, 12(2), 248-248.

ANEXOS



INFORME DE RESULTADOS

Razón Social:	PROVILAB, S.A. DE C.V.	Fecha de emisión :	2017-05-05
Dirección:	Toluca, Edo. México	Planta de llenado:	Barrientos
		No. de folio:	17-2981

MEZCLA PRIMARIA

Componentes (mensurando)	Concentración ¹	Incertidumbre expandida ² (U, k=2)
Dióxido de Carbono (CO ₂)	35.00 cmol/mol	± 1.0 %
Metano (CH ₄)	50.02 cmol/mol	± 1.0 %
Nitrógeno (N ₂)	Balance	-----

Datos Generales del Producto	
Tipo de cilindro:	7- AL
No. Serie del cilindro:	FF46561
No. de Lote:	040520170606
Capacidad del Cilindro:	0.85 m ³
Válvula CGA:	350
Caducidad*:	24 Meses
Presión:	1460 psi a 21°C

Trazabilidad a marco de pesas tipo S del Centro Nacional de Metrología (CENAM), serie 15402540, bajo informe de calibración msp-ICT 0380/2016

¹ Aplica a partir de la fecha de llenado del producto indicado en el número de lote

² El valor de incertidumbre se basa en la Norma NMX-CH-140-IMNC-2002, considerando un factor de cobertura K=2 a un nivel de confianza de 95.45 %

Esta garantía no podrá ser reproducida en forma total o parcial sin la autorización previa del Laboratorio de Control de Calidad de INFRA S.A. de C.V. Planta Barrientos. La garantía de calidad es válida para el (los) producto(s) descrito (s) en la misma. Es responsabilidad del usuario el uso adecuado de la información aquí descrita.

AUTORIZÓ

Ing. Astrid Ciles Campos
Laboratorio de Control de Calidad

INFRA S.A. DE C.V.
Félix Guzmán No. 16, Col. El Parque, Naucalpan, Edo. de México, C.P. 53398
5329-3000
ventas@infra.com.mx
www.infra.com.mx





entidad mexicana
de acreditación a.c.



Número de acreditación N° T-29. Vigencia de acreditación a partir de 2008-05-14
con vencimiento 2012-05-14.

Acreditación otorgada bajo la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 ISO/IEC 17025:2005

INFORME DE CALIBRACION AREA DE TEMPERATURA CALIBRACION DE TERMOMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO

Orden : 2317/2010 Fecha de Calibración : 2010-10-07 Informe No.: 6110/2010 Hoja 1 de 1
Fecha de Recepción : 2010-10-06 Fecha de Emisión : 2010-10-07
Cliente : INSTITUTO TECNOLOGICO DE TOLUCA
Dirección : AV. TECNOLOGICO S/N, COL. EX RANCHO LA VIRGEN METEPEC, EDO. DE MEXICO, C.P. 52140.

<p>Inst. Calibrado : TERMOMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO Marca : ERTCO Modelo : ASTM 90C No de Serie : 6717 Alcance : 0 A 30 °C Identificación : TE-9 E.M.T. ± 0,1 °C</p>	<p>Inst. Patron : TERMOMETRO DE RESISTENCIA Marca : TECHNE Modelo : PT 100 No. de Serie: 121709-7 Ident.: CAL-TR-14/16 Alcance : -38 A 419,5 °C Incertidumbre: ± 0,11 K Ultima Calibración 2010-02-26 Calibrado por : SIMCA Inf. de Cal.: 517/2010 Trazable a : CENAM</p>
--	---

Temp. nominal °C	Lecturas del instrumento Patrón °C	Lecturas del instrumento bajo prueba °C	Error °C	± U °C
0,00	0,00	0,00	0,00	0,13
10,00	9,99	10,03	0,04	0,13
20,00	20,00	20,05	0,05	0,13
30,00	30,01	29,99	-0,02	0,13

Observaciones: SERVICIO EN PLANTA. INSTRUMENTO CORREGIDO POR COLUMNA EMERGENTE, TERMOMETRO DE INMERSION PARCIAL.

E.M. = 0,05 °C

E.M. = Error máximo encontrado durante la calibración.

E.M.T. = Error Maximo tolerado

U= Incertidumbre expandida utilizando un factor de cobertura k=2; y un nivel de confianza del 95,45 %

Es responsabilidad del usuario realizar las correcciones pertinentes al momento de hacer sus mediciones.



El presente informe no puede ser modificado ni alterado sin la autorización del laboratorio de calibración de Simca Grupo Industrial S.A. de C.V.
CAJEROS No. 45 COL. EL SIFON C.P. 09400 MEXICO, D.F. CONMUTADOR 5633-7331 FAX EXT. 301 e-mail: ventas@simca.com.mx



entidad mexicana
de acreditación a.c.



Número de acreditación N° T-29. Vigencia de acreditación a partir de 2008-05-14
con vencimiento 2012-05-14.

Acreditación otorgada bajo la norma NMX-EC-17025-IMNC-2006 ISO/IEC 17025:2005

INFORME DE CALIBRACION AREA DE TEMPERATURA CALIBRACION DE TERMOMETROS DE LIQUIDO EN VIDRIO

Orden : 2317/2010

Fecha de Calibración : 2010-10-07

Informe No.: 6109/2010

Hoja 1 de 1

Fecha de Recepción : 2010-10-06

Fecha de Emisión : 2010-10-07

Cliente : INSTITUTO TECNOLOGICO DE TOLUCA

Dirección : AV. TECNOLOGICO S/N, COL. EX RANCHO LA VIRGEN METEPEC, EDO. DE MEXICO, C.P. 52140.

Inst. Calibrado : TERMOMETRO DE LIQUIDO EN VIDRIO

Marca : KESSLER

Modelo : ASTM91C-86

No de Serie : 509800

Alcance : 20 A 50 °C

Identificación : TE-5

E.M.T. ± 0,1 °C

Inst. Patron : TERMOMETRO DE RESISTENCIA

Marca : TECHNE

Modelo : PT 100

No. de Serie: 121709-7

Ident.: CAL-TR-14/16

Alcance : -38 A 419,5 °C

Incertidumbre: ± 0,11 K

Ultima Calibración 2010-02-26

Calibrado por : SIMCA

Inf. de Cal.: 517/2010

Trazable a : CENAM

Temp. nominal °C	Lecturas del instrumento Patrón °C	Lecturas del instrumento bajo prueba °C	Error °C	± U °C
20,00	20,00	20,00	0,00	0,13
30,00	30,01	30,01	0,00	0,13
40,00	40,00	40,00	0,00	0,13
50,00	50,01	50,00	-0,01	0,13

Observaciones: SERVICIO EN PLANTA. INSTRUMENTO CORREGIDO POR COLUMNA EMERGENTE, TERMOMETRO DE INMERSION PARCIAL.

E.M. = -0,01 °C

E.M. = Error máximo encontrado durante la calibración.

E.M.T. = Error Maximo tolerado

U= Incertidumbre expandida utilizando un factor de cobertura k=2; y un nivel de confianza del 95,45 %

Es responsabilidad del usuario realizar las correcciones pertinentes al momento de hacer sus mediciones.



El presente informe no puede ser modificado ni alterado sin la autorización del laboratorio de calibración de Simca Grupo Industrial S.A de C.V.
CAJEROS No. 45 COL. EL SIFON C.P. 09400 MEXICO, D.F. CONMUTADOR 5633-7331 FAX EXT. 301 e-mail: ventas@simca.com.mx

Soluciones patrón de pH y soluciones standard de conductividad

SOLUCIONES PATRÓN DE PH

Nombre	Descripción	Cantidad	Ref.
Patrones de pH certificados de acuerdo con IUPAC			
Se suministran en caja hermética sellada; sin abrir, tienen una duración de conservación garantizada de 4 años; con certificado DKD; trazables a materiales de referencia estándar NIST; precisión $\pm 0,010$ pH (25°C)			
pH 1,679		500 ml	S11M001
pH 4,005		500 ml	S11M002
pH 7,000		500 ml	S11M004
pH 10,012		500 ml	S11M007

Soluciones patrón buffer

Listas para el análisis; con y sin identificación por colores *

pH 4,01	Rojo	500 ml	2283449
pH 7,00	Amarillo	500 ml	2283549
pH 10,01	Azul	500 ml	2283649
pH 4,01	Incolora	500 ml	1222349
pH 7,00	Incolora	500 ml	1222249
pH 10,00	Incolora	500 ml	1222149
pH 1,09	Calidad técnica, conforme a DIN 19267	500 ml	S11M009
pH 4,65	Calidad técnica, conforme a DIN 19267	500 ml	S11M010
pH 9,23	Calidad técnica, conforme a DIN 19367	500 ml	S11M011

Sobres de patrón buffer de pH en polvo

Envasados individualmente, para 50 ml de solución nueva; con y sin identificación por colores *

pH 4,01	Rojo	50/pack	2226966
		250/pack	2226964
pH 7,00	Amarillo	50/pack	2227066
		250/pack	2227064
pH 10,00	Azul	50/pack	2227166
		250/pack	2227164

Soluciones patrón buffer SINGLET

En bolsas individuales, herméticas, selladas, de 25 ml, identificadas por colores

pH 7,00 and pH 10,01	Amarillo + azul	2x 10/pack	2769820
pH 4,01 and pH 7,00	Rojo + amarillo	2x 10/pack	2769920
pH 4,01	Rojo	20/pack	2770020
pH 7,00	Amarillo	20/pack	2770120
pH 10,01	Azul	20/pack	2770220

SOLUCIONES STANDARD DE CONDUCTIVIDAD

Nombre	Descripción	Cantidad	Ref.
Standards con certificado			
Se suministran en caja hermética sellada; duración de conservación garantizada; con certificado; trazables a materiales de referencia estándar NIST			

KCl 1 D	111,3 mS/cm $\pm 0,5\%$	500 ml	S51M001
KCl 0,1 D	12,85 mS/cm $\pm 0,35\%$	500 ml	S51M002
KCl 0,01 D	1.408 μ S/cm $\pm 0,5\%$	500 ml	S51M003
NaCl 0,05%	1.015 μ S/cm $\pm 0,5\%$	500 ml	S51M004

Soluciones de NaCl

85,47 mg/l as NaCl	180 ± 10 μ S/cm	100 ml	2307542
491 mg/l as NaCl	1.000 ± 10 μ S/cm	100 ml	1440042
1.000 mg/l as NaCl	1.990 ± 20 μ S/cm	100 ml	210542
10.246 mg/l as NaCl	18.000 ± 50 μ S/cm	100 ml	2307442

Soluciones molares de KCl

KS910	12,88 mS/cm	500 ml	C20C250
KCl 0,1 M			
KS920	1,413 mS/cm	500 ml	C20C270
KCl 0,01 M			
KS930	146,9 μ S/cm	500 ml	C20C280
KCl 0,001 M			

* Patrón trazable según materiales de referencia estándar NIST; precisión $\pm 0,02$ pH (25°C); concentraciones adicionales, bajo solicitud.



Formulados de acuerdo con los requisitos de IUPAC: Standards certificados para pH y conductividad.

DCC082.61 2008.Aug07

HACH **LANGE**

UNITED FOR WATER QUALITY

