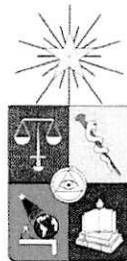


UCH-FC
Q. Ambiental
MS62
C-1

UNIVERSIDAD DE CHILE – FACULTAD DE CIENCIAS – ESCUELA DE PREGRADO



**“ANÁLISIS DE PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS Y CINCO METALES EN
SEDIMENTOS Y AGUAS PROVENIENTES DE LA VERTIENTE SEIS DEL SALAR
DE ASCOTÁN”**

Seminario de Título entregado a la Universidad de Chile en cumplimiento parcial de los requisitos para optar al Título de:

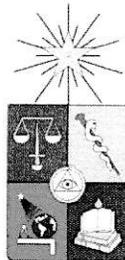
Química Ambiental

MARÍA JOSÉ MERIÑO PÉREZ

Director de Seminario :M.Sc. Irma del Carmen Vila Pinto
Co-Director M.Cs. Sylvia Violeta Copaja Castillo

Enero, 2017
Santiago – Chile





INFORME DE APROBACIÓN SEMINARIO DE TÍTULO

Se informa a la Escuela de Pregrado de la Facultad de Ciencias, de la Universidad de Chile que el Seminario de Título, presentado por la Srta.:

MARÍA JOSÉ MERIÑO PÉREZ

**“ANÁLISIS DE PARÁMETROS FÍSICOQUÍMICOS Y CINCO METALES EN
SEDIMENTOS Y AGUAS PROVENIENTES DE LA VERTIENTE SEIS DEL SALAR
DE ASCOTÁN”**

Ha sido aprobado por la Comisión de Evaluación, en cumplimiento parcial de los requisitos para optar al Título de Química Ambiental.

MSc. Irma del Carmen Vila Pinto
Director Seminario de Título

Firma manuscrita de Irma del Carmen Vila Pinto.

M.Cs. Sylvia Violeta Copaja Castillo
Co-Director Seminario de Título

Firma manuscrita de Sylvia Violeta Copaja Castillo.

Comisión Revisora y Evaluadora

Dr. Antonio Galdámez
Presidente Comisión

Firma manuscrita de Antonio Galdámez.

Dr. David Véliz
Corrector

Firma manuscrita de David Véliz.

Santiago de Chile, Enero 2017



María José Meriño Pérez, nací el 10 de marzo de 1988 en la ciudad de Santiago. Segunda de tres hermanos, acompañada siempre de mi madre y abuelos.

Mi interés por la ciencia, especialmente por química, surgió en la enseñanza media gracias al esfuerzo y dedicación de mis profesores. Esto sumado a un profundo respeto y amor por la naturaleza, me llevó a postular en el año 2007 a la Carrera de Química Ambiental en la Universidad de Chile.

Esta carrera me entregó las herramientas y conocimientos para comprender la química en el ambiente, lo cual ha sido fundamental en mi actual desarrollo profesional.

A mi familia, quienes siempre me han brindado su apoyo y cariño, especialmente a mis abuelos pilares fundamentales en vida. Este logro también es de ustedes.

AGRADECIMIENTOS

Agradecer a mis profesores por toda la dedicación y conocimientos entregados en todos estos años de estudios, aportando en mi formación profesional.

Al laboratorio de Limnología, especialmente a la profesora Irma Vila por darme la oportunidad de desarrollar una parte de su investigación, entregándome conocimientos de un área desconocida hasta el momento para mí.

También agradecer a la profesora Sylvia Copaja quien me abrió las puertas de su laboratorio en dos oportunidades, primero aún como alumna en el desarrollo de mi unidad de investigación y ahora para mi seminario de título, siendo una pieza fundamental en ambas ocasiones, aportando no sólo con parte importante de los materiales sino que además con consejos y correcciones. Por lo que agradezco al Laboratorio de Química Orgánica y Ambiental.

Muchísimas gracias a mi hermana, Marcela Meriño, y a Katty Jería por la elaboración de algunas figuras presentes en este trabajo.

Finalmente dar un reconocimiento especial a mi familia por su paciencia y entrega a lo largo de todo este camino y en todos mis desafíos.

Muchas gracias.

ÍNDICE DE CONTENIDOS

I. INTRODUCCIÓN	1
1.1 Antecedentes Generales	1
1.1.1 Salares.....	1
1.1.1.1 Salar de Ascotán.....	3
1.1.2 Calidad del Agua	4
1.1.2.1 Parámetros de calidad del agua.	5
1.1.3 Sedimentos.	7
1.1.4 Metales Pesados.....	7
1.1.4.1 Metales pesados y sistemas acuáticos.	9
1.1.5 Metales y metaloides que son objeto de estudio.	11
1.2 Objetivos	15
1.2.1 Objetivo General.....	15
1.2.2 Objetivos Específicos.....	15
II. MATERIALES Y MÉTODOS	16
2.1 Recolección de muestras	16
2.1.1 Selección del lugar de muestreo	16
2.1.2 Selección de los sitios de muestreo	16
2.1.3 Campaña realizada.....	17
2.1.4 Parámetros de estudio.....	18
2.1.5 Tratamiento de material.	18
2.1.5.1 Preparación material para muestreo de sedimentos.....	18
2.1.5.2 Preparación material para muestras de agua.....	19
2.1.6 Procedimiento para la toma de muestras	19
2.1.6.1 Muestreo de agua.....	19
2.1.6.2 Toma de muestras de sedimentos.....	19
2.1.7 Caracterización de muestras de aguas.....	20
2.1.7.1 pH, Conductividad eléctrica, STD, Temperatura y Salinidad (<i>in situ</i>).....	20
2.1.7.2 Determinación de Oxígeno disuelto (Método Winkler)	21
2.1.7.3 Determinación de Fósforo total (Variación método tradicional Kjeldahl)	22
2.1.7.4 Determinación de Nitrógeno Total (variación método tradicional Kjeldahl)	24
2.1.7.5 Determinación de Alcalinidad Total (Carbonatos y Bicarbonatos) (APHA 2013).....	25
2.1.7.6 Determinación de Cloruro (Método de Mörh con nitrato de plata)	26
2.1.7.7 Determinación de Sulfato (Método turbidimétrico).....	27
2.1.7.8 Determinación de Cationes (Na ⁺ , K ⁺ , Ca ⁺² , Mg ⁺²) (Espectrofotometría de Absorción Atómica).....	28
2.1.8 Caracterización de sedimentos.....	29
2.1.8.1 Preparación de sedimentos.....	29
2.1.8.2 Determinación de pH y conductividad.....	30
2.1.8.3 Determinación de Pérdida de peso a 105°C.....	31
2.1.8.4 Determinación de la materia orgánica por volumetría	31
2.1.8.5 Determinación de Fósforo disponible (Método Olsen).....	32
2.1.9 Determinación de metales y no metales.....	33

2.1.9.1	Determinación de Boro (Extracción con agua caliente)	33
2.1.9.2	Determinación Litio, Plomo y Cobre	35
2.1.9.3	Espectroscopia de absorción atómica con atomización por llama	35
2.1.9.4	Preparación fracción total sedimento: Digestión ácida en microondas de alta resolución (Li, Cu, Pb)	36
2.1.9.5	Preparación de Fracción total en agua: Digestión ácida para metales (Li, Cu, Pb)	37
2.1.9.6	Preparación de la Fracción soluble en sedimento: Digestión	37
2.1.9.7	Condiciones del Espectrofotómetro de Absorción Atómica (EEA) para Li, Cu y Pb	38
2.1.9.8	Determinación de Arsénico	38
III.	RESULTADOS Y DISCUSION	41
3.1	Parámetros fisicoquímicos básicos en agua y sedimento	41
3.1.1	Variables fisicoquímicas medidas en agua	41
3.1.2	Variables fisicoquímicas medidas en sedimentos	42
3.2	Material en suspensión	44
3.2.1	Sólidos Totales Disueltos (STD) en muestras de aguas	44
3.3	Nutrientes	50
3.3.1	Agua	50
3.3.2	Sedimentos	51
3.4	Determinación de metales, no metales y metaloides	53
3.4.1	Boro	53
3.4.2	Cobre	55
3.4.3	Litio	56
3.4.4	Plomo	56
3.4.5	Arsénico	57
3.5	Comparación con estudios previos y/o normativa aplicable	57
3.5.1	Aguas	57
3.5.2	Sedimentos	60
IV.	CONCLUSIONES	62
V.	REFERENCIAS	63
VI.	ANEXOS	68
6.1	Ecuaciones	68
6.2	Caracterización de sedimentos y aguas	71
6.3	Metales en agua y sedimentos	81

6.4 Localización puntos de muestreo..... 91

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Micronutrientes y macronutrientes para el óptimo funcionamiento de los organismos vivos (Galán y Romero, 2008).....	9
Tabla 2. Descripción puntos de muestreo Salar de Ascotán.....	17
Tabla 3. Normas consultadas para muestreo de agua.....	19
Tabla 4. Condiciones EEA para determinar Ca, Mg, Na y K.....	29
Tabla 5. Programa de digestión ácida en microondas para sedimentos.....	37
Tabla 6. Condiciones EEA para determinar Cu, Pb y Li.....	38
Tabla 7. Condiciones EEA para determinar As.....	40
Tabla 8. Comparación de resultados con la NCh 1.333 de 1978 modificada en 1987.....	58
Tabla 9. Comparación resultados de este trabajo, con estudio Risacher y col. (1999).....	59
Tabla 10. Comparación estudio con Canadian Environmental Quality Guidelines.....	61
Tabla 11. Parámetros registrados in situ en Salar Ascotán.....	71
Tabla 12. Resumen parámetros in situ en Salar Ascotán.....	71
Tabla 13. Iones y sales determinados en laboratorio.....	72
Tabla 14. Resumen parámetros determinados en laboratorio en aguas.....	72
Tabla 15. Valores obtenidos en laboratorio para determinar pH y Ce.....	72
Tabla 16. Resumen pH y conductividad eléctrica en sedimento.....	73
Tabla 17. Valores medidos experimentalmente para determinar fh.....	73
Tabla 18. fh calculados para las distintos puntos de muestreo.....	73
Tabla 19. Masa de las distintas muestras de sedimento a titular.....	74
Tabla 20. Valores determinados en la titulación para Blanco y Muestras P1.....	74
Tabla 21. Valores determinados en la titulación Muestras P1*A y P1*B.....	76
Tabla 22. Valores determinados en la titulación con sulfato ferroso para sedimentos P5.....	77
Tabla 23. Valores determinados en la titulación con sulfato ferroso para sedimentos P5*.....	78
Tabla 24. Datos obtenidos para la determinación de Carbono orgánico.....	79
Tabla 25. Datos calculados para la determinación de Carbono orgánico.....	79
Tabla 26. Masa de sedimento utilizado en la determinación de P.....	79
Tabla 27. Absorbancias serie de estándares de P.....	80
Tabla 28. Parámetros Curva calibración Fósforo.....	80
Tabla 29. Concentración de Fósforo (mg/Kg) por punto de muestreo.....	80
Tabla 30. Absorbancias serie de estándares B.....	81
Tabla 31. Parámetros Curva calibración Boro.....	81
Tabla 32. Masa sedimento utilizada para la determinación de B.....	81
Tabla 33. Concentración B en mg/L para sedimento.....	81
Tabla 34. Concentración de B en mg/Kg para sedimento.....	82
Tabla 35. Concentración de B en mg/L para agua.....	82
Tabla 36. Concentración de B en mg/L para cada punto de estudio.....	82
Tabla 37. Absorbancias serie de estándares Cu.....	83
Tabla 38. Parámetros Curva calibración Cobre.....	83
Tabla 39. Validación método analítico Cobre.....	83
Tabla 40. Concentración promedio Cu en agua y sedimento.....	84

Tabla 41. Absorbancias serie de estándares Li	85
Tabla 42. Parámetros Curva calibración de Li	85
Tabla 43. Validación método analítico Litio	85
Tabla 44. Concentración promedio Li en agua y sedimento.....	86
Tabla 45. Absorbancias serie de estándares Pb.....	87
Tabla 46. Parámetros Curva calibración de Pb.....	87
Tabla 47. Validación método analítico Plomo	87
Tabla 48. Concentración promedio Pb en agua y sedimento.....	88
Tabla 49. Absorbancias serie de estándares As en agua	89
Tabla 50. Parámetros Curva calibración de As Agua.....	89
Tabla 51. Validación método analítico Arsénico en agua.....	89
Tabla 52. Absorbancias serie de estándares As en sedimento.....	90
Tabla 53. Parámetros Curva calibración de As Sedimento.....	90
Tabla 54. Validación método analítico As en sedimento.....	90
Tabla 55. Concentración promedio As en agua y sedimento.....	90

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Perfil esquemático geomorfológico de depósitos salinos del norte de Chile (SERNAGEOMIN, 2014).....	3
Figura 2. Estructura del Salar de Ascotán. (CIREN, 2015).....	4
Figura 3. Ciclo biogeoquímico general de los metales pesados figura de Rosas, 2001.	10
Figura 5. Puntos de muestreo en Salar de Ascotán.....	17
Figura 6. Uso de muestreadores manuales para la colecta de sedimento figura de Mejías y Jerez, 2006.....	20
Figura 7. Muestras de sedimentos secas a temperatura ambiente.....	30
Figura 8. Combustión húmeda con dicromato de potasio	32
Figura 4. Componentes de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.....	36
Figura 9. pH medido en aguas.....	42
Figura 10. Conductividad eléctrica determinada en aguas.....	42
Figura 11. Temperatura en aguas.....	42
Figura 12. Salinidad determinada en aguas.....	42
Figura 13. pH determinado en sedimento	43
Figura 14. Conductividad eléctrica medida en sedimento	43
Figura 15. Sólidos Totales Disueltos (STD) en aguas.....	44
Figura 16. Concentración de calcio en agua	45
Figura 17. Concentración de magnesio en agua.....	45
Figura 18. Concentración de potasio en agua.....	45
Figura 19. Concentración de sodio en agua.....	45
Figura 20. Concentración de cloruro en agua	46
Figura 21. Concentración de sulfato en agua.....	46
Figura 22. Concentración bicarbonato en agua	47
Figura 23. Concentración carbonato en agua	47
Figura 24. Concentración alcalinidad total en agua.....	47
Figura 25. Equilibrios trifásicos en el sistema CO ₂ /Carbonato	48
Figura 26. Distribución de las vías evolutivas en la cuenca de Ascotán.....	49

Figura 27. Vías evolutivas.....	50
Figura 28. Concentración oxígeno total determinado en agua.	50
Figura 29. Concentración nitrógeno total en agua.....	51
Figura 30. Concentración fósforo total en agua.	51
Figura 31. Carbono orgánico en sedimento	52
Figura 32. Fósforo disponible en sedimento	52
Figura 33. Concentración de boro en sedimento.....	53
Figura 34. Concentración de boro en agua.	53
Figura 35. Distribución de sales en un salar	54
Figura 36. Concentración de Cobre Total en el sedimento.	55
Figura 37. Concentración de Litio en aguas.....	56
Figura 38. Voltajes detectados en la titulación del blanco y. Primera derivada	75
Figura 39. Voltajes detectados en la titulación de P1 A y Primera derivada	76
Figura 40. Curva de Calibración P en sedimento	80
Figura 41. Curva de Calibración para Boro	81
Figura 42. Curva de Calibración para Cobre.....	83
Figura 43. Curva de Calibración para Litio	85
Figura 44. Curva de Calibración para Plomo	87
Figura 45. Curva de Calibración para Arsénico en agua.....	89
Figura 46. Curva de Calibración para Arsénico en sedimento.....	90

RESUMEN

El estudio fue realizado en el Salar de Ascotán (21° 31' 00" S, 68° 19' 00" W), ubicado en la zona altiplánica de la cordillera de los Andes. El objetivo de este trabajo fue analizar los parámetros fisicoquímicos de las aguas y sedimento de la vertiente número 6, que cruza el salar. Para esto se recolectaron muestras provenientes del inicio y final de dicha vertiente, determinando así el efecto del gradiente salino en las características de aguas y sedimentos. Se analizaron diferentes parámetros, dependiendo del medio a caracterizar. En el caso del agua fueron estudiados los niveles de Fósforo total, Sulfato, Nitrógeno total, Alcalinidad, Cloruros, Carbonato y Bicarbonato, en el sedimento se determinó pH, Conductividad eléctrica, Carbono orgánico y Fósforo disponible. Adicionalmente se determinó la presencia de Litio, Boro, Plomo, Cobre y Arsénico en agua y en las fracciones solubles y pseudototal del sedimento. Los metales tanto en sedimentos como en agua, fueron determinados por Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA). De los análisis y resultados obtenidos, para el caso de las aguas, se observó una mayor conductividad eléctrica y salinidad al inicio de la vertiente y una mayor temperatura, pH, y STD al final de la vertiente, debido a la evaporación que experimenta el sistema. Para los iones en solución, las concentraciones de Ca^{+2} , Mg^{+2} , SO_4^{-2} , Cl^- , Na^+ y K^+ son similares en ambos puntos estudiados. Adicionalmente se observó una concentración de oxígeno disuelto y fósforo total levemente mayor al inicio de la vertiente, mientras que se determinó una mayor concentración de N-total al final. De los sedimentos fue posible apreciar un mayor pH de las muestras provenientes del interior del salar, con respecto de la vertiente que lo alimenta, no así para en la conductividad eléctrica, fósforo disponible y C orgánico, mostrando relación con las condiciones climáticas del sistema. De los metales, no metales y metaloides, sólo fue posible identificar tres de los cinco elementos estudiados (B, Cu, Li), observando diferencias sólo para el boro y cobre. De los análisis en general es posible inferir que el clima, la geología y estación del año son factores relevantes en las características fisicoquímicas, tanto de las aguas como del sedimento. No así para la determinación de los metales, no metales y metaloides, donde las concentraciones obtenidas para algunos elementos, (principalmente boro), son menor a lo esperado, haciendo suponer que se encuentran mayoritariamente en las costras salinas.

ABSTRACT

The study was conducted in Salar Ascotán (21° 31' 00" S, 68° 19' 00" W), located in the Andean highlands area (Chilean Altiplano). The objective of this work was to analyze both, physical and chemical parameters of water and sediments from the number 6 stream that crosses the Salar. For this purpose, samples were collected from the places the stream starts, its source, and from where it ends, its mouth, determining thus the effect of salinity gradient in the characteristics of water and sediments. Several parameters were analyzed, depending on the medium to characterize. In the case of the water, the levels of total Phosphorus, Sulfate, total Nitrogen, Alkalinity, Chlorides, Carbonate and Bicarbonate were studied. For sediment, pH, electrical conductivity, organic Carbon and available Phosphorus were measured. Additionally it was quantified the presence of Lithium, Boron, Lead, Copper and Arsenic in water, in the soluble fractions and subtotal of the sediments, in order to observe if any exchange of metals occurred. It is important to indicate that the presence of metals in sediments and water was determined by Atomic Absorption Spectroscopy (AAS). From the analysis and results obtained, in the case of water, it was observed, on one hand, a greater electrical conductivity and salinity at the beginning of the stream than at the end of it. On the other hand, the temperature, pH and STD were higher at the end of the stream than at the beginning of it, due to the evaporation undergone by the system. No significant differences between the two points studied are appreciated for ions in solution, Ca^{+2} , Mg^{+2} , SO_4^{-2} , Cl^- , Na^+ y K^+ . In terms of dissolved oxygen and total phosphorus concentrations, they were slightly larger in the source of the stream than in the mouth, while in the latter the quantity of N-total was larger. Concerning the sediments it was possible to observe a higher amount pH in the available samples from inside the Salar, in relation to the stream that feeds, not for electrical conductivity, phosphorus and organic C, being all of this related to the weather conditions of the system. In reference to metals, not metals and metalloids, it was only possible to identify three of the five elements studied (B, Cu, Li), however, boron and copper, were the only ones in which differences were observed. As a general analysis it is possible to infer that climate, geology and seasons of the year are relevant factors for the physiochemical characteristics of the waters and sediments. Nevertheless, they do not seem to be that decisive for metals, not

metals and metalloids, where the concentrations obtained for some elements, such as boron, are less than expected, assuming that they are mostly in the saline crusts.

I. INTRODUCCIÓN

1.1 Antecedentes Generales

1.1.1 Salares

Los salares corresponden a antiguos cuerpos de agua (Ahumada y col., 2011), donde particularmente la acumulación de sales en los Andes Centrales, se ve favorecida por diversos factores, entre los cuales destaca la tectónica, vulcanismo y clima, permitiendo así, las condiciones aptas para la acumulación de sales desde el Neógeno hasta la actualidad (Alonso, 1991). Cabe mencionar que dichos depósitos han sido formados como producto de la desecación de paleolagos como consecuencia del derretimiento de los glaciares, producidos entre 15.000 y 10.000 años A.P. (Ochsenius 1986; Messerli et al. 1993).

Referente a la génesis de los salares presentes en la zona norte del país, se destacan los siguientes factores:

- **Factores Geológicos:** Hace referencia a la actividad volcánica del Cenozoico, la cual genera cuencas y aporte de componentes químicos, y por otra a la lixiviación de rocas volcánicas cenozoicas que circundan estas cuencas, también aportando componentes químicos.
- **Factores Climáticos:** Poseen razones de evaporación de aproximadamente 3.200 mm/año y una tasa promedio de agua caída de sólo 15 mm/año, en el desierto, sector oeste.
- **Factores Estructurales:** Presentan un sistema de fallas regionales de rumbo N-S y W-E, que han facilitado la formación de entidades geomorfológicas mayores: Cordillera de la Costa, Depresión Intermedia, Precordillera, Cuencas Preandinas, Altiplano y Cordillera Andina, y de cuencas endorreicas locales. (SERNAGEOMIN, 2014).

A raíz de lo anteriormente mencionado, los salares identificados en la zona norte de Chile, no presentan grandes variaciones geomorfológicas ni tampoco en su geología interna. Encontrándose en cuencas planas casi sin gradientes topográficas, siendo conformados por una fracción líquida correspondiente a salmueras, una fracción salina

representada por la deposición de diferentes sales transportadas en solución a la cuenca y además una fracción sólida constituida por distintos niveles de arena, limo y arcilla (Vila, 1975). Estas fracciones son realmente importantes en la permanencia de un salar, ya que el factor determinante si un salar se mantiene activo es la existencia de una lámina de agua libre sobre los sedimentos salino-detríticos. La extensión de la lámina de agua que cubre los depósitos salinos define si el área se trata de un salar o no, pues si la superficie cubierta es mayor al 50% se habla de un "lago salino", utilizando el término "salar" sólo para aquellos sistemas en los que el área cubierta por agua libre es inferior a dicho umbral. (Garcés y col., 1996).

No obstante, es importante diferenciar entre un salar y un lago salino. Los segundos están localizados en el Altiplano, a más de 4.000 msnm., principalmente en cuencas controladas por el volcanismo. Sus salmueras están sobresaturadas en cloruro de sodio y contienen Na^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} y K^+ como los principales cationes, correspondiendo a depósitos salinos más jóvenes, estando espacial y genéticamente relacionados con el volcanismo PlioCuaternario y afectados por la pluviosidad.

Se caracterizan por contener importantes concentraciones de sales de boro en la fase sólida, por ejemplo en: Surire, Ascotán y Aguas Calientes, y sales de litio y potasio en la salmuera, en La Isla, Loyoques y Pujsa, siendo sistemas muy dinámicos y muy frágiles, debido a su ubicación y características geológicas, climáticas y ambientales. (SERNAGEOMIN, 2014).

Dentro del auge que ha experimentado el rubro de la minería, cabe destacar la extracción de elementos no metálicos. La demanda de estos comenzó en el siglo XIX, por la industria de abono la cual requería de nitratos, además de la utilización de boratos, utilizada en vidrios, fibras textiles, productos de limpieza, fertilizantes y herbicidas entre otros. (Caride de Liñán y Llorente, 1992).

Dicha expansión en la industria minera además de provocar un aumento en las utilidades y en la generación de fuentes de empleo, conlleva a un cambio físico, químico y biológico del lugar donde se realizan los procesos productivos como en los asentamientos humanos para la mano de obra disponible, siendo de gran importancia caracterizar ecosistemas frágiles, próximos al desarrollo de actividades productivas.

1.1.1.1 Salar de Ascotán

El Salar de Ascotán está ubicado a 21,5° S latitud a 3720 metros sobre el nivel del mar aproximadamente, en la cadena volcánica de los Andes altos modernos (Keller y Soto, 1998), al Sur del Salar de Carcote. El extremo sur del salar, que presenta un largo total de cerca de 30 Km, se encuentra a 110 Km al noreste de la ciudad de Calama. Las cadenas montañosas que limitan con el borde este del salar, constituyen el límite fronterizo con Bolivia (DGA, 2005).

Ascotán corresponde a un salar de tipo “playa” con limos salinos y costras de sales (yeso, halita). Solo a unos decímetros debajo de la superficie se encuentra una napa de salmuera, destacando el carácter de boratera que éste posee, donde se explota la ulexita ($\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$) cerca de la orilla centro-oeste. Con respecto a los sistemas hídricos a ser analizados, se puede describir como un complejo sistema de lagunas superficiales elongadas este-oeste o suroeste-noreste alimentadas por vertientes que surgen de la orilla oriental del salar (Risacher y col., 1999).

A continuación se identifican los tres sistemas que componen a los salares altoandinos en el salar de Ascotán, destacando que cada uno de estos sistemas presentan diferencias significativas en cuanto a calidad de agua y biota (Figura 1):

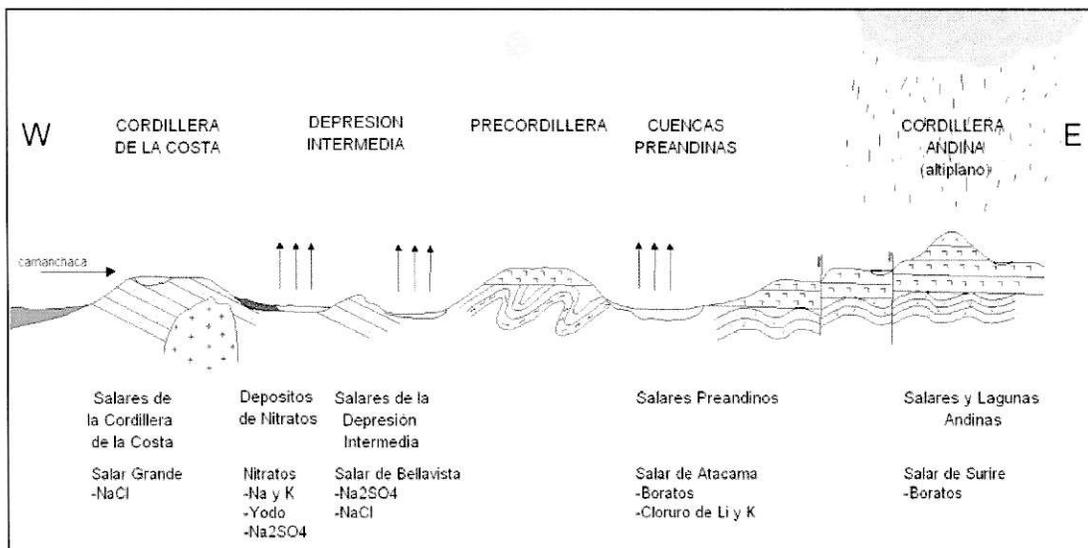


Figura 1. Perfil esquemático geomorfológico de depósitos salinos del norte de Chile (SERNAGEOMIN, 2014).

- **Afloramientos de agua subterránea.** Poseen ubicación periférica, con el nivel freático cercano a la superficie del terreno, siendo considerada una fuente de agua y materiales inorgánicos (N, P) para los humedales y lagunas salinas.
- **Humedal.** Con una ubicación intermedia, recibiendo los flujos de agua y materiales desde el afloramiento y descarga agua y materiales hacia las lagunas salinas.
- **Laguna salina.** Tiene una ubicación central siendo el último receptor de agua y materiales. El escurrimiento es afectado por la evaporación, aumentando así la concentración de sales que finalmente precipitan y generan la costra salina característica de un salar (Figura 2).

En consecuencia es posible establecer que posee un flujo de agua unidireccional, que va desde los afloramientos hacia las lagunas, además de tener un gradiente de salinidad que crece desde el afloramiento en dirección a la laguna (CIREN, 2015).

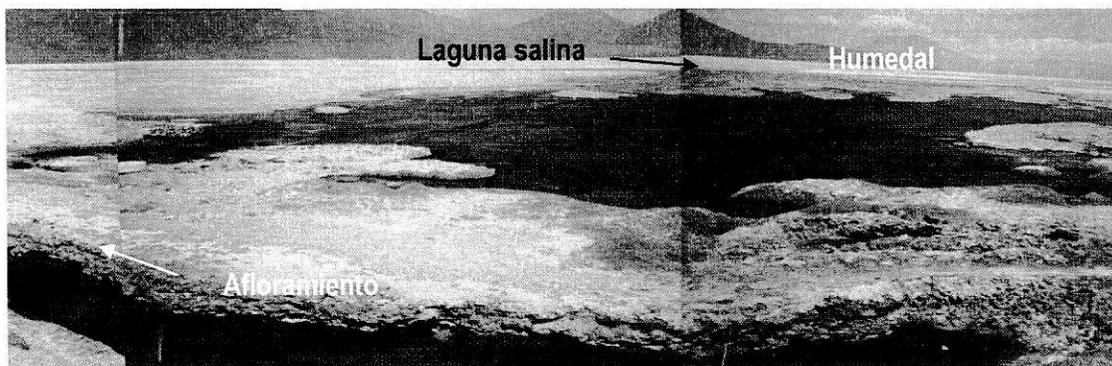


Figura 2. Estructura del Salar de Ascotán. (CIREN, 2015)

1.1.2 Calidad del Agua

El concepto de calidad de agua es complejo, ya que encierra una serie de factores interrelacionados, el cual ha evolucionado, debido al aumento en los usos del agua y a la facilidad de medir e interpretar las características del agua.

Una definición de calidad de agua es “el grupo de concentraciones, especificaciones, sustancias orgánicas e inorgánicas y la composición y estado de la biota encontrada en el cuerpo de agua. La calidad del cuerpo de agua muestra

variaciones espaciales y temporales debido a características internas y externas del cuerpo de agua” (Water Quality Assessment, p.5) (Campos, 2000).

Por tanto, la calidad del agua no es un término absoluto, sino que está relacionada con el uso o actividad a que se destina la misma, siendo indiferente que la calidad del agua se deba a causas naturales o artificiales.

Si la composición es modificada respecto a su estado natural, de manera que no pueda usarse para lo correspondiente a su composición original, entonces se habla de aguas contaminadas (Cortés y Montalvo, 2010).

Para poder describir la calidad que posee un cuerpo de agua, se utilizan los llamados parámetros de calidad del agua, comúnmente conocidos como parámetros físicos, químicos y biológicos (Campos, 2000).

1.1.2.1 Parámetros de calidad del agua.

Como se ha mencionado, la calidad del agua se describe a partir de parámetros variables que se relacionan tanto con las propiedades físicas, químicas como biológicas. Generalmente se utilizan uno o varios de estos variables para determinar la variación de la calidad del agua.

A continuación se definen los parámetros de calidad vinculados al presente estudio:

a) Parámetros físicos.

Son aquellos variables que responden a los sentidos del tacto, olor y sabor. Los más utilizados corresponden a: transparencia, turbidez, color, olor, sabor, temperatura, conductividad eléctrica y pH.

- Temperatura: Es una variable muy importante, puesto que la existencia de la biota depende directamente de la temperatura. Además de tener efectos directos o indirectos en la mayoría de las reacciones químicas y bioquímicas presentes en el agua. (Campos, 2000).
- Conductividad eléctrica: corresponde a la expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar corriente eléctrica. Esta capacidad dependerá de la presencia de iones y de su concentración total, movilidad, estado de oxidación, concentraciones relativas, así como de la temperatura (Cortés y Montalvo, 2010).

- pH: Es una de las pruebas más frecuentes utilizadas en el análisis de agua, la cual es usada para las determinaciones de alcalinidad, presencia de dióxido de carbono y otros equilibrios ácido-base (Cortés y Montalvo, 2010).

b) Parámetros Químicos.

Los parámetros químicos están relacionados con la capacidad disolvente del agua, por lo que son más difíciles de determinar que los físicos (Campos, 2000).

- Oxígeno disuelto: Es la cantidad de oxígeno libre en el agua que no se encuentra combinada ni con el hidrógeno (formando agua) ni con los sólidos existentes en el agua. La cantidad de oxígeno se puede medir en mg/L, ppm, ppb o en % de saturación (Creus, 2011).
- Alcalinidad: Corresponde a la medida de la cantidad de iones presentes en el agua, capaces de neutralizar los iones hidrógeno. Los iones más comunes son el carbonato (CO_3^{-2}), bicarbonato (HCO_3^{-}) y óxido de hidrógeno (OH^{-}) (Campos, 2000).
- Salinidad: Inicialmente se concibió como la masa de sales disueltas en una masa de solución. La única manera fiable de determinar la salinidad real o absoluta es realizando un análisis químico completo (Cortés y Montalvo, 2010).
- Nutrientes: Los dos nutrientes más importantes en la descripción de la calidad del agua es el nitrógeno y fósforo. Por su parte el nitrógeno es un componente más de las proteínas, clorofila y otros componentes biológicos, luego de la muerte de las plantas y animales, se recurre a formas simples mediante la descomposición bacteriana. Por su parte el fósforo se encuentra como fosfato, clasificándolos en ortofosfatos, fosfato condensado y fosfato unido orgánicamente a tejidos animales y vegetales. Ambos nutrientes contribuyen a la eutroficación de los cuerpos de agua (Campos, 2000).
- Sólidos totales disueltos (STD): Es atribuida a la presencia de sales solubles de naturaleza orgánica presentes ya sea en aguas superficiales como subterráneas. Es decir, cationes (Na^{+} , K^{+} , Mg^{+2} y Ca^{+2}) y aniones (Cl^{-} , F^{-} , SO_4^{-2} , CO_3^{-2} , NO_3^{-} y SiO_3^{-2}) (Cortés y Montalvo, 2010).

1.1.3 Sedimentos.

Los sedimentos corresponden a capas de materia finamente dividida que cubren los fondos de ríos, arroyos, lagos, embalses, bahías, estuarios y océanos. Típicamente consisten en mezclas de minerales granulados de tamaño fino, mediano y grueso, incluyendo arcilla, fango y arena, mezclados con materia orgánica (Manahan, 2007). Proviene de la erosión del suelo y descomposición de plantas y animales. A menudo el viento, agua y hielo llevan estas partículas a grandes distancias (EPA, 2015).

Debido a lo diverso de su formación, su composición puede variar desde materia mineral pura hasta ser prácticamente materia orgánica. Destaca como característica relevante, la capacidad de actuar como un depósito para una gran variedad de restos biológicos, químicos y contaminantes presentes en las masas de agua (Rosas, 2001).

En consecuencia, poseen un rol preponderante en el mantenimiento de la calidad de las aguas, siendo capaces de absorber componentes disueltos, inmovilizando metales pesados, plaguicidas, herbicidas, etc. (Carrizo, 1997). Destacando que la movilidad de los componentes inmovilizados siempre dependerá de la interfaz sedimento-agua, donde los contaminantes no quedan permanentemente retenidos pudiendo ser liberados a la columna de agua por cambios en las condiciones ambientales tales como pH, potencial redox, oxígeno disuelto o la presencia de coloides orgánicos (Sigg et al., 1987, Singh et al., 1999, Almeida y col., 2008).

1.1.4 Metales Pesados.

Los metales pesados se definen como aquellos metales cuya densidad es por lo menos cinco veces mayor que la del agua (PNUMA, 1980). Algunos de estos elementos se encuentran entre los más dañinos, siendo de particular interés debido a su toxicidad para los humanos (Manahan, 2007), y por su capacidad de causar efectos cancerígenos, mutagénicos y teratogénicos (Boudo y Riveyre, 1989; Bautista 1999). Esto se debe a que la mayoría de ellos tiene afinidad por el azufre evitando la función de las enzimas y formando enlaces con ellas a través de grupos azufre. El ácido carboxílico de las proteínas ($-\text{CO}_2\text{H}$) y los grupos amino ($-\text{NH}_2$) también se enlazan químicamente con los metales pesados (Mahanan, 2007).

Cabe mencionar que el tiempo de residencia en el agua de cualquier contaminante, es considerado medio, sin embargo el daño que causan a los organismos es alto ya que son ingeridos. No así el sedimento, donde el tiempo de residencia es alto estableciendo un nivel de daño que va catalogado desde medio a alto; para plantas y animales el tiempo de residencia es considerado medio (Bautista, 1999).

Referente al origen que pueden presentar estos elementos en un ecosistema, es posible diferenciar dos fuentes: geológico o antropogénico.

El primero, se refiere a la presencia de los elementos en los minerales y roca, los cuales están distribuidos en la corteza terrestre. El segundo, se debe a las actividades productivas del sector agropecuario, industrial y al desarrollo urbano, que generan contaminantes depositados en ríos, suelos y sedimentos (Coker, 1983; Loué, 1988; Alloway, 1990).

Con el transcurso de los años el hombre ha desempeñado un papel importante en el aumento de la presencia de metales pesados en el ambiente, como consecuencia de las actividades y procesos que este desarrolla (Moreno, 2003).

Tal como se mencionó previamente los metales pesados han sido identificados como los contaminantes más peligrosos en ecosistemas acuáticos debido a su persistencia y elevada toxicidad. Los de mayor importancia toxicológica y ecotoxicológica corresponden a: Hg, As, Cr, Pb, Cd, Ni y Zn ya que para la mayoría de los organismos la exposición por encima de una concentración umbral puede ser pernicioso (Martínez-Tabche, 2000).

No obstante los metales, en cantidades mínimas o trazas, pueden ejercer efectos positivos sobre los seres vivos. Algunos de ellos en determinadas concentraciones, siempre menores al 0,01% de la masa total del organismo, son elementos esenciales para la vida. Sin embargo pequeñas variaciones de sus concentraciones, pueden producir efectos nocivos, a veces graves, crónicos e incluso letales (Wood J, 1989).

El grado de toxicidad potencial y biodisponibilidad que un metal pesado presente en un ambiente dado dependerá de una serie de factores, clasificados en factores bióticos y abióticos.

a) Factores abióticos. Es posible subdividir en dos categorías:

- i. Factores inherentes al metal: Hace referencia a la naturaleza del metal, su abundancia en el medio, su estado molecular específico y su tiempo de permanencia en el sistema (Rosas, 2001)
 - ii. Factores físico-químicos ambientales: Principalmente el pH, potencial redox, presencia de iones inorgánicos (aniones y cationes), existencia de arcillas e hidróxidos metálicos, cantidad de materia orgánica, temperatura, etc. (Rosas, 2001)
- b) Factores bióticos**: Se refiere al grado de bioasimilación y por los mecanismos de defensa de los organismos frente a los metales y a la acción propia de la biota frente a la especiación química de los metales (Rosas, 2001).

A continuación se presenta un cuadro resumen con los elementos más relevantes catalogados de acuerdo su importancia para los organismos:

Tabla 1. Micronutrientes y macronutrientes para el óptimo funcionamiento de los organismos vivos (Galán y Romero, 2008)

Metales pesados que son micronutrientes esenciales (unos pocos mg o µg/día)	As, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Se, V, Zn
Otros micronutrientes esenciales	F, I, Si
Macronutrientes (100 mg o más por día)	Ca, Cl, Mg, P, K, Na, S
Metales pesados no esenciales ¹	Be, Cd, Hg, (Ni), Pb, Sb, (Sn), Ti

1.1.4.1 Metales pesados y sistemas acuáticos.

Los metales presentan tres vías principales de entrada al medio acuático:

- a) Atmosférica. Se produce debido a la sedimentación de partículas emitidas a la atmósfera por procesos naturales o antropogénicos (combustión de combustibles fósiles y fundición de metales).

¹ Los metales en paréntesis pueden ser esenciales (Galán y Romero, 2008).

- b) Terrestre. Generada por filtraciones de vertidos, escorrentía superficial de terrenos contaminados (minas, utilización de lodos como abono, lixiviación de residuos sólidos, precipitación atmosférica, etc) y otras causas naturales.
- c) Directa. Como consecuencia de vertidos directos de aguas residuales industriales y urbanas a los cauces fluviales.

En la Figura 3 se presenta un esquema de las diferentes vías de entradas para los metales a los cuerpos de agua:

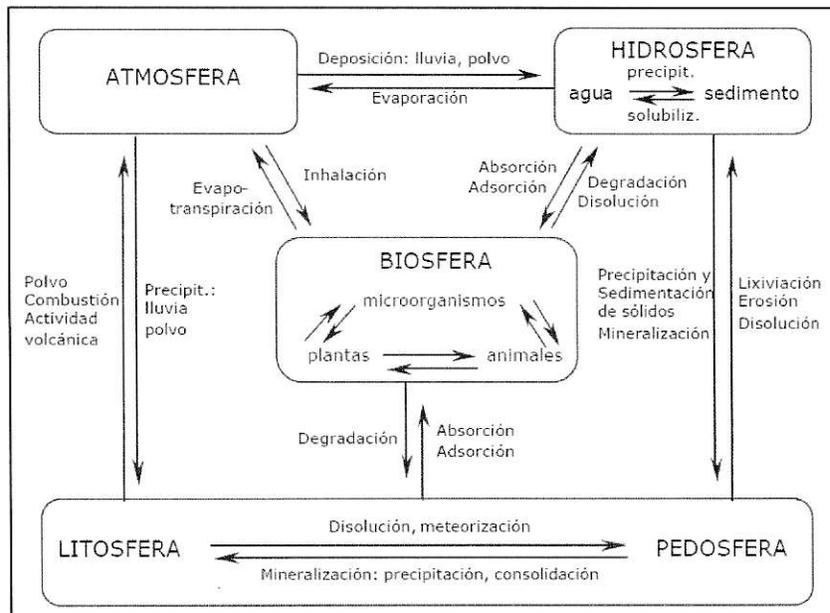


Figura 3. Ciclo biogeoquímico general de los metales pesados figura de Rosas, 2001.

Una vez que el metal ha ingresado al medio acuático, éste puede estar adsorbido, precipitado, coprecipitado en el sedimento o bien integrado a la matriz de silicatos (Moresco y Dol, 1996). El metal adsorbido está adherido al sedimento ya sea por fuerzas de Van der Waals (adsorción física), por enlace químico (adsorción química) o por intercambio iónico (Bornemisza, 1982; Moresco y Dol, 1996).

En relación a la disponibilidad de los metales pesados asociados a sedimentos, se hace referencia a los metales trazas ligados a la fracción más fina del sedimento (<63 µm), lo que se debe a la mayor área superficial de contacto (Robina L. y col, 2002; Tuy

H., 2000). De esta forma se explican fenómenos como la adsorción, co-precipitación, y complejación de metales en las capas superficiales de la partícula relacionándose con los metales contenidos en suspensión facilitando su transporte hacia la columna de agua (Huettel M. y col, 2001).

1.1.5 Metales y metaloides que son objeto de estudio.

Boro.- El boro (B) es un metaloide con un estado de oxidación de +3 en todos sus compuestos químicos. Generalmente se encuentra ya sea como un sólido duro negro o como un polvo café oscuro, aunque por lo general las sales de boro más comunes son blancas o tonos pálidos de amarillo, azul, verde, o gris (SAG, 2015).

El norte de Chile, específicamente el sector altiplánico, se caracteriza por presentar altos depósitos salinos asociados a este mineral, comúnmente conocidos como depósitos de boratos. De acuerdo a lo indicado por algunos autores se conocen en el mundo del orden de 230 minerales de boro, no obstante el de principal interés económico presente en los depósitos chilenos es la ulexita, un borato doble de calcio y de sodio, llamado también boronatrocalcita, de fórmula general $\text{NaCaB}_5\text{O}_9 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$. Es un mineral blanco brillante, de aspecto sedoso y muy característico por la formación de fibras o cristales aciculares, y suele ser descrita, en la literatura técnica norteamericana, como 'cotton ball'. Eventualmente, se encuentra su equivalente deshidratado, la probertita ($\text{CaNa}(\text{B}_5\text{O}_7(\text{OH})_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O})$) (Chong y col., 2000).

Las mayores concentraciones de boro se encuentran en los sedimentos y la roca sedimentaria, particularmente, en los sedimentos marinos ricos en arcilla. La alta concentración de boro en el agua de mar, que promedia cerca de 4,5 mg/L de Boro, garantiza que las arcillas marinas sean ricas en boro en relación a otro tipo de rocas. Las fuentes antropogénicas de boro incluyen los lodos del agua residual y efluentes, combustión de carbón, cristal, componentes de limpieza y agroquímicos. (SAG, 2015).

Arsénico.- El arsénico está ampliamente distribuido en gran número de minerales, las mayores concentraciones, por lo general, se dan en forma de arseniuros de cobre, plomo, plata y oro o como impurezas de depósitos mineros en sulfuros (World Health Organization, 1981). Los principales minerales que contienen arsénico son arsenopirita (FeAsS), rejalgar (As_4S_4) y oropimente (As_2S_3 o As blanco) (Carbonell y col., 1995).

Su estado de oxidación es importante ya que afecta su movilidad, persistencia y toxicidad. En ambientes ricos en oxígeno y bien drenados, la forma oxidada predominante es el arseniato, As (V), las especies principales son H_2AsO_4^- en los suelos ácidos y HAsO_4^{2-} en los alcalinos (Van Herreweghe y col. 2003). Aunque las formas más abundante en la naturaleza se encuentra normalmente en depósitos sedimentarios, las que están fuertemente enlazada a los minerales del suelo, particularmente a los óxidos e hidróxidos metálicos coloidales, mediante enlaces iónicos (Wauchope, 1983)

Bajo condiciones reductoras, como suelos que se inundan regularmente, el As (III) es el estado de oxidación más estable, pero en condiciones fuertemente reductoras el arsénico elemental (poco frecuente) y el As (-III) también pueden estar presentes. De todas formas, tanto arseniatos como arsenitos pueden aparecer conjuntamente, debido a la relativa lentitud de las reacciones redox.

La presencia de arsénico en el medio ambiente puede atribuirse en ocasiones a fuentes naturales, ya que éste se encuentra ampliamente distribuido en la corteza terrestre y la mineralogía de la zona puede aportar elevadas concentraciones de arsénico en un ecosistema. Su movilización también puede deberse a procesos naturales, como la erosión del terreno, la actividad biológica o emisiones volcánicas. Sin embargo, otras veces, la liberación del arsénico al medio ambiente tiene un origen antropogénico; buena prueba de ello es la actividad minera, las operaciones de procesamiento de minerales, el uso de arsénico en algunos pesticidas, herbicidas, insecticidas o rodenticidas, en algunos aditivos alimentarios, en preservantes para madera y cuero, el uso con propósitos médicos, para preparar aleaciones, usos industriales tales como la producción de vidrio o la incineración de combustibles fósiles (Larios y col., 2011).

Litio.- El litio se encuentra en la naturaleza en aproximadamente 145 minerales, los que pueden presentarse en salmueras, aguas termales y agua de mar, en cantidades muy diferentes que oscilan entre 20 ppm y 65 ppm.

Este elemento puede encontrarse de muy diversas formas, tales como concentraciones anómalas de pegmatitas, ambientes sedimentarios asociados con arcilla, zonas de alteración hidrotermal asociados a minerales (a bajas como a altas temperaturas), evaporitas no marinas, salmueras de ambientes desérticos, aguas

salinas o salmueras asociadas a yacimientos de petróleo, yacimientos de boro; berilio, flúor, manganeso y posiblemente fosfato, ambientes lacustre asociados a silicatos de magnesio, aguas, plantas y suelos de ambientes desérticos, así como en rocas sedimentarias ricas en hierro.

Se obtiene a partir de dos fuentes naturales. Por una parte está el mineral espodúmeno, correspondiente a un silicato doble de aluminio y litio ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$) que se encuentra asociado con el cuarzo, mica y feldespato. La otra fuente es a partir de salmueras naturales de los salares y geysers, encontrándose en forma de sales de litio, principalmente, sulfato doble de litio y potasio (KLiSO_4).

La obtención de litio a partir de un mineral, proveniente de un yacimiento de silicato doble de aluminio y litio ($\text{LiAlSi}_2\text{O}_6$ o $\text{Li}_2\text{O} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 4\text{SiO}_2$), cuyos contenidos son 3.73% de Li y como óxido 8.03% de Li_2O , los otros elementos están en relación del 51.59% O; 30.18% Si y como óxido de silicio 64.58% SiO_2 ; 14.5% Al y 27.4% AlO_3 . El espodumeno (*spodumene*, proveniente originalmente de Grecia), también es conocido en América como Kunzita, un cristal de dureza 6.5 a 7, que presenta una densidad 3.1 g/cc; además posee la característica de presentar diversos colores, que van desde gris claro, amarillo, verde hasta púrpura.

A partir de salmueras naturales están los depósitos salinos, fuentes geotermales y campos petrolíferos. En Chile, la principal de estas fuentes es el salar de Atacama (Garcés, 2015).

Cobre.- El cobre se encuentra asociado a minerales sulfurosos simples y complejos, locas cuales son fácilmente solubles a los procesos de intemperismo, especialmente en ambientes ácidos. También tiene una gran habilidad para interactuar químicamente con compuestos minerales y orgánicos del suelo. Los iones de cobre precipitan fácilmente con aniones como sulfuros, carbonatos e hidróxidos.

La forma más móvil del cobre es la $2+$; las especies iónicas que se encuentran en los suelos principalmente son: HCuO_2^- , Cu^+ , CuOH^+ , $\text{Cu}(\text{OH})_2^{2-}$, $\text{Cu}(\text{OH})_2$, CuO , CuO_3 , CuCO_3 , $\text{Cu}(\text{CO}_3)_2^{2-}$, $\text{Cu}(\text{OH})_4^{2-}$, $\text{Cu}(\text{OH})_3$ y CuO_2^{2-} y aunque son muchas el cobre es retenido fuertemente en los sitios de intercambio tanto orgánico como inorgánicos. El cobre es uno de los metales con menos movilidad en el suelo, aunque a menudo

encontramos grandes cantidades en la solución de los suelos. La solubilidad en las formas catiónicas y aniónicas decrece a pH mayores de 7 a 8 (Bautista, 1999).

Entre los minerales de cobre más importantes se encuentran los sulfuros y los óxidos tales como la calcopirita (CuFeS_2), calcosina (Cu_2O) y el carbonato básico de cobre (malaquita). La mayor parte del cobre obtenido industrialmente procede de minerales sulfurados. (Christen, 1986)

Plomo.- El plomo se encuentra principalmente en forma de Pb^{2+} , pero también es conocido su estado de oxidación +4 (Bautista, 1999). El mineral más abundante en la corteza terrestre corresponde a la galena (sulfuro de plomo PbS) y constituye la fuente principal de producción comercial de este metal. Otros minerales de plomo son: la cerusita (carbonato de plomo PbCO_3), la anglesita (sulfato de plomo PbSO_4), la corcoita (cromatos PbCrO_4), la wulfenita (molibdato $\text{Pb}(\text{MoO}_4)$), la piromorfita (fosfato $\text{Pb}_5(\text{Cl})$), la mutlockita (cloruro) y la vanadinita (vanadato $(\text{VO}_4)_3\text{ClPb}_5$). (Nordberg, 2016).

Para el caso de Chile el plomo se encuentra en yacimientos de sulfuros masivos que se presentan como cuerpos irregulares, bolsones y vetas, de origen volcánico distribuidos en dos grandes sectores del país. En primer lugar entre las Regiones de Arica y Parinacota y en segundo entre las Regiones de Aysén y Magallanes.

Si bien está ampliamente distribuido en la naturaleza, el mayor riesgo asociado a sus emisiones está vinculado al uso humano del metal y de sus derivados. Los humos y el polvo proceden de la fundición del plomo, de la fabricación de pinturas, vidrios y baterías de almacenamiento (Fernández, 2001). Es debido a sus efectos tóxicos que sus usos han sido restringidos, ya que se ha demostrado que el Pb se distribuye en el cuerpo humano; en huesos, tejidos y sangre, donde permanece y se adhiere a la hemoglobina en los eritrocitos, en los cuales se llega a alcanzar una concentración 16 veces superior a la que se puede presentar en el plasma.

1.2 Objetivos

1.2.1 Objetivo General

- Determinar la concentración de As, Cu, B, Pb, Li, así como parámetros fisicoquímicos de aguas y sedimentos provenientes de la vertiente seis del Salar de Ascotán, comparando muestras procedentes de la vertiente que lo alimenta versus otras del interior del salar.

1.2.2 Objetivos Específicos

- Analizar parámetros fisicoquímicos *in-situ* de las muestras de agua como pH, conductividad, temperatura y sólidos totales disueltos.
- Determinar la cantidad de nutrientes presentes en el agua como, Fósforo total, Nitrógeno total y Oxígeno disuelto.
- Analizar sólidos en suspensión en las aguas tales como: Calcio, Potasio, Magnesio, Sodio, Sulfatos, Alcalinidad Total, Cloruros, Carbonato y bicarbonato.
- Realizar una caracterización fisicoquímica de los sedimentos, determinando pH, conductividad eléctrica, carbono orgánico y fósforo disponible
- Determinar la presencia de metales (Boro, Arsénico, Litio, Plomo y Cobre) tanto en sedimentos como en agua por Espectroscopia de Absorción Atómica (EAA).



II. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Recolección de muestras

2.1.1 Selección del lugar de muestreo

La Segunda Región de Antofagasta presenta tres salares relevantes: el Salar de Atacama, Salar de Ascotán y el Salar Carcote. Este estudio posee al Salar Ascotán como objeto de análisis, tanto para la caracterización de sus aguas como de los sedimentos.

La importancia de estos análisis radica en observar de qué forma se comportan los metales retenidos en los sedimentos, y a su vez determinar cómo se relacionan con el agua que los rodean, si es que son retenidos o liberados al medio.

2.1.2 Selección de los sitios de muestreo

Fueron seleccionados 2 puntos de muestreo a lo largo de una vertiente, los cuales fueron tomados por duplicado, para así tener una mayor representatividad de los parámetros a analizar.

Se escogió la vertiente 6 donde se recolectó muestra en los inicios de la vertiente (P1) y de en una zona al interior del salar (P5), tal como se muestra en la siguiente figura (Figura 4, Anexo 6.4). De ésta forma será posible llevar a cabo una comparación de la calidad, tanto en agua como en sedimento, de una zona expuesta al salar con una mayor tendencia a ser considerada como agua dulce.

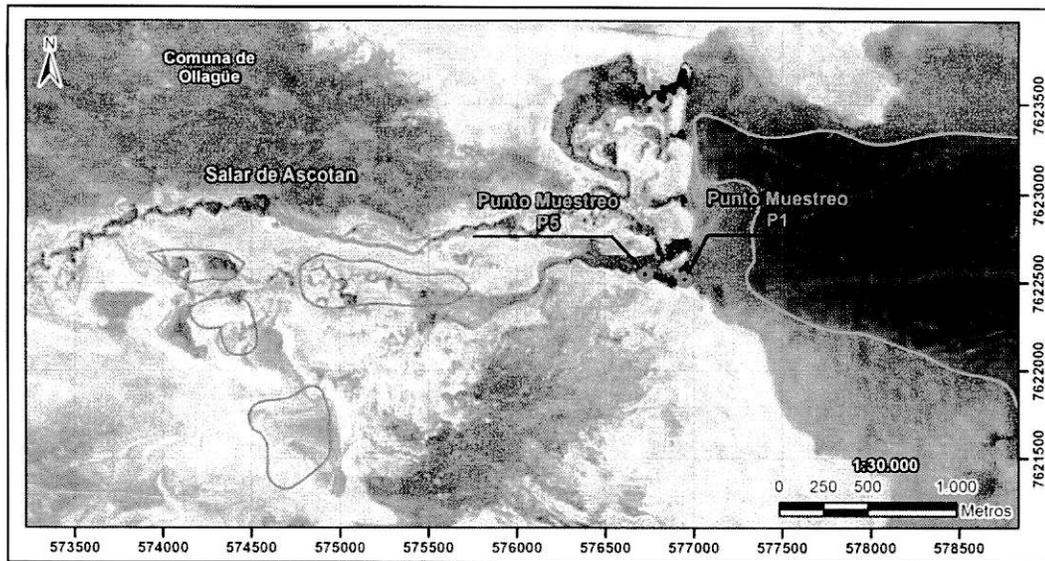


Figura 4. Puntos de muestreo en Salar de Ascotán.

Las coordenadas de los puntos de muestreo se detallan en la tabla a continuación:

Tabla 2. Descripción puntos de muestreo Salar de Ascotán.

Sitio	P1: Inicio vertiente	P5: Inserto en el salar
Fecha muestreo	26 de Mayo 2014 12:50 hrs	26 de Mayo 2014 ~16hrs
Altura	3731 msnm	3737 msnm
Coordenadas	21° 29.898`S 68° 15.426`W	21° 29.882`S 68° 15.556`W
Características	Gran cantidad de macrófitas, <i>Orestias</i> y otros organismos acuáticos. El sedimento presenta un color café oscuro, mal olor intenso.	Presencia de vegetación tipo pelillo y pequeños caracoles. El sedimento con olor intenso, de color más claro (beige) y textura arenosa.

2.1.3 Campaña realizada

En este estudio sólo fueron analizadas muestras provenientes de la campaña mayo 2014, correspondiente al período post-lluvia, destacando que en las zonas altiplánicas las lluvias se producen entre diciembre a marzo. Las muestras fueron tomadas el día 26 de mayo de 2014.

2.1.4 Parámetros de estudio

Con el objetivo de tener un mayor conocimiento de la especiación que experimentan los metales y nutrientes en la vertiente 6 del salar, se realizó análisis tanto en el agua y en el sedimento. Los metales y metaloides escogidos para el análisis corresponden a Litio (Li), Cobre (Cu), Arsénico (As), Plomo (Pb) y Boro (B), siendo estudiados en la fracción total y soluble para los sedimentos y en la fracción total para el caso del agua. Con respecto a los micronutrientes se determinó Oxígeno disuelto, Fósforo total, Nitrógeno total, Alcalinidad, Cloruros, Sulfatos, Carbonato y Bicarbonato.

2.1.5 Tratamiento de material.

2.1.5.1 Preparación material para muestreo de sedimentos.

Para recolectar muestras de sedimentos se requirió de envases plásticos de alta densidad de 1L, los cuales deben seguir lavados previamente de acuerdo al "Protocolo de lavado para medir metales", además de ser realizado posteriormente con todo el material vinculado al estudio de metales.

A continuación un resumen de los pasos a seguir para llevar a cabo el protocolo de lavado:

- Lavar el material con detergente Extran® Alcalino Merk y luego enjuagar con agua potable.
- Enjuagar 3 veces con agua destilada.
- Se llena con HNO₃ Merk® 10% (o HCl Merk® 10% para medir As) por 48 horas.
- Se retira todo el ácido del material, para ser enjuagado 10 veces con agua destilada y posteriormente otras 10 veces más con agua desionizada grado Mili-Q.
- Finalmente se deja secar para su utilización.

2.1.5.2 Preparación material para muestras de agua

Para el muestreo de aguas los frascos utilizados, siguió el mismo protocolo de lavado previamente descrito, pero esta vez en frascos plásticos de alta densidad de 500 mL.

2.1.6 Procedimiento para la toma de muestras

2.1.6.1 Muestreo de agua

Para la recolección y preservación de las muestras de agua y su posterior determinación de metales, se basó en las Normas Chilenas especificadas en la siguiente tabla (Tabla 3). Cada muestra debe ser fijada con 10 gotas de Ácido Nítrico 65% p.a. Suprapur® Merck y ser preservada a 4°C hasta el momento de ser analizadas.

Tabla 3. Normas consultadas para muestreo de agua

Norma Chilena	Título Norma Chilena
NCh 411/2.Of. 96	Calidad del agua - Muestreo - Parte 1: Guía para el diseño de programas de muestreo.
NCh 411/2.Of. 96	Calidad del agua - Muestreo - Parte 2: Guía sobre técnicas de muestreo
NCh 411/3.Of. 96	Calidad del agua - Muestreo - Parte 3: Guía sobre la preservación y manejo de las muestras
NCh 411/6.Of. 97	Calidad del agua - Muestreo - Parte 6: Guía para el muestreo de ríos y cursos de agua

2.1.6.2 Toma de muestras de sedimentos

Con relación al muestreo de sedimentos se siguió el protocolo para sedimento descrito en Handbook for Sediment Quality Assessment (Simpson y col., 2005), el cual especifica que la toma de muestras se debe realiza con una pala plástica, recolectando muestra de una zona no más profunda a 10 cm (Figura 5), con no más de 1 km de distancia entre el punto de muestreo y su réplica. Sin embargo para este estudio se

consideró como máximo 0,5 m entre la muestra y su réplica. Las muestras fueron conservadas a 4°C hasta el momento del análisis (Simpson y col., 2005).

Para recoger las muestras se utilizó una pala plástica, ya que éstas son recomendadas para flujos pequeños de agua y para aguas estáticas. Además de coleccionar muestras superficiales de sedimento que sirven generalmente para comparaciones temporales y espaciales (Mejías y Jerez, 2006).

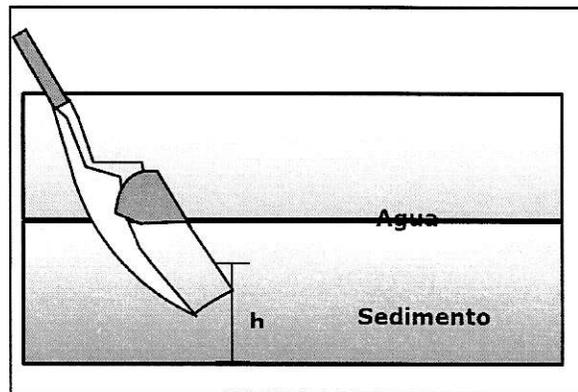


Figura 5. Uso de muestreadores manuales para la colecta de sedimento figura de Mejías y Jerez, 2006.

2.1.7 Caracterización de muestras de aguas.

Los análisis para la caracterización de las aguas fueron realizados por el Laboratorio de Limnología de la Facultad de Ciencias, Universidad de Chile, siguiendo los protocolos señalados a continuación:

2.1.7.1 pH, Conductividad eléctrica, STD, Temperatura y Salinidad (*in situ*)

Cabe destacar que estos análisis fueron realizados *in-situ* tomando muestra de agua en frascos de polietileno de alta densidad, posterior a ser ambientados 3 veces con la muestra a analizar.

Una vez seleccionado el modo a analizar en el instrumento, se introdujo el electrodo del multiparamétrico WTW 3430 set G en un volumen suficiente para que la

esfera de vidrio y diafragma de electrodos puedan realizar una lectura de la muestra². Se esperó a tener una lectura estabilizada en la pantalla para registrar.

Finalmente se limpió el electrodo de vidrio con agua destilada para guardar hasta volver a utilizar.

2.1.7.2 Determinación de Oxígeno disuelto (Método Winkler)

Preparación de reactivos.

a) Sulfato de manganeso ($MnSO_4$)

- 480 g de $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ p.a. Merck®
- Agua destilada (diluir hasta 1L)

b) Yoduro de Potasio (KI).

- 500 g de NaOH y 150 g de KI p.a. Merck®
- Agua destilada (diluir hasta 1L).
- Agregar una solución de 10 g de azida de sodio (NaN_3 Merck® p.a.) disuelta en 40 mL de agua destilada.

c) Tiosulfato de sodio 0,025 N.

- 6,205 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ Merck® p.a.
- Agua destilada hasta 1L
- 5 mL de cloroformo como preservante,
- Guardar en una botella café, resguardada de la luz, estandarizar cada semana.

d) Dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$) 0,025 N.

- 1,226 g de $K_2Cr_2O_7$ Merck® p.a. (secado al horno a 130°C por 0,5 hora)
- Agua destilada (diluir a 1 L)

Procedimiento experimental

Se realizó dos procesos, el primero corresponde a la fijación química del oxígeno disuelto en terreno y una titulación con tiosulfato de sodio en el laboratorio.

² **Nota:** Para la determinación de pH, previo a la lectura en la muestra, introducir el electrodo en una solución tampón con un pH 7.

Fijación química de oxígeno disuelto: Se añadió 1 mL de MnSO_4 al fondo de la botella, al frasco donde la muestra será sifonada (evitando burbujas), seguido por 1 mL de yoduro alcalino por debajo de la superficie. Se tapó la botella, con cuidado de no dejar burbujas de aire (dejando caer suavemente la tapa en forma inclinada sobre la botella). Posteriormente se agitó invirtiendo varias veces, luego se dejó reposar el precipitado y agitó nuevamente.

Cuando el precipitado estuvo en reposo por segunda vez, fue destapado para agregar 2 mL de ácido sulfúrico concentrado, haciéndolo escurrir por el cuello de la botella. Finalmente se procedió a tapar y agitar nuevamente, de forma suave hasta que el precipitado se disuelva. En este punto la muestra puede ser mantenida entre 24 y 48 horas, conservándola en un lugar frío y sin luz.

Titulación de tiosulfato de sodio: Se estandarizó la solución de tiosulfato de sodio, para la cual se disolvió 2 g de KI en 100 mL de agua destilada. Luego se añadió 10 ml de ácido sulfúrico concentrado y 20 mL de solución de 0,025 N de dicromato de potasio. Diluir hasta 200 mL y titular con la solución de tiosulfato de sodio agregando almidón cuando alcance un color amarillo, hasta ajustar la solución de tiosulfato a exactamente 0,025 N.

Posteriormente fue realizada la titulación donde se añadió 200 mL de la muestra previamente fijada, a un matraz de Erlenmeyer para ser titulado con tiosulfato de sodio 0,025 N sobre un fondo blanco, hasta que la solución tomó un color amarillo.

A la solución se agregó 2 mL de la solución indicadora de almidón. Posteriormente se debe seguir la titulación gota a gota hasta que el color azul del indicador desapareció.

2.1.7.3 Determinación de Fósforo total (Variación método tradicional Kjeldahl)

Preparación de reactivos

a) Solución de molibdato

- 3 g de molibdato de amonio.
- 100 mL de agua desionizada

b) Ácido sulfúrico

- 11 mL de ácido sulfúrico concentrado (sp gr 1,84) p.a. Merck®
- 489 mL de agua desionizada.

- Enfriar y almacenar en botella de vidrio oscuro.
- c) Ácido ascórbico
 - 1,35 g de ácido ascórbico p.a. Merck®
 - 25 mL de agua destilada.
- d) Potasio antimonio tartrato
 - 6,8 mg de antimonitártrato p.a. Merck®
 - 10 mL de agua destilada, (calentando si fuera necesario)
- e) Mezcla de reactivo
 - Mezclar 10 mL de amonio molibdato, con 25 mL de ácido sulfúrico, 10 mL de ácido ascórbico y 5 mL de tartrato de potasio y antimonio. No dejar almacenando por más de 6 horas.
- f) Agua Libre de Amonio (A.L.A.)
 - Circular agua desionizada a través de una resina de intercambio catiónica (DOWEX 50 W X8 20-50 mesh en forma de H⁺)
- g) Solución madre de fosfato 1 mg-P/mL
 - Se disolvió 4,393 g de potasio hidrógeno fosfato p.a. Merck® previamente secado en un desecador en agua destilada en un matraz aforado a 1 L.
 - 1 mL de ácido sulfúrico concentrado p.a. Merck®.
 - Llenar hasta el aforo con agua destilada.
- h) Serie de estándares fosfato (20 µg-P/L; 40 µg-P/L; 60 µg-P/L; 80 µg-P/L; 100 µg-P/L; 150 µg-P/L; 200 µg-P/L; 250 µg-P/L)
 - Diluir 2; 4; 6; 8; 10; 15; 20 y 25 mL de la solución madre de fosfato 1mg-P/mL en un matraz aforado de 100 mL
 - Llenar hasta el aforo con agua destilada.

Procedimiento experimental.

Primero se digirió la muestra para lo cual se añadió 10 mL de muestra con 80 µL de ácido sulfúrico concentrado a un tubo Kjeldahl. Se dejó en el equipo Kjeldahl por un periodo de 3 días a una temperatura de 100°C, hasta que la mezcla se evapore.

Posteriormente se añadió 10 mL de A.L.A y 15 µL de agua oxigenada al 30% para eliminar la materia orgánica, calentando nuevamente, por 2 horas, hasta 250°C.

Finalmente, para formar una solución coloreada, a 10 mL de la muestra trabajada se agregan 2 mL de la mezcla de reactivos, para luego de 5 minutos y dentro de las 2-3 horas se mida la absorbancia en una celda de cuarzo a 885 nm. Se repitió el proceso para el blanco y la serie de estándares.

2.1.7.4 Determinación de Nitrógeno Total (variación método tradicional Kjeldahl)

Preparación de reactivos

- a) Solución de NaOH/EDTA
 - 13 g de NaOH p.a. Merck® en 100 mL de EDTA III 0,1 M
- b) Ácido sulfúrico
 - 108 mg de diclorocianurato en 90 mL de solución NaOH/EDTA³.
 - Trabajar a la luz tenue y guardar en la oscuridad
- c) Solución fenólica
 - 12 g de Salicilato de sodio con 100 mg de sodio nitroprusiato ($\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) en 100 mL de agua desionizada⁴
 - Trabajar a la luz tenue y guardar en la oscuridad.
- d) Agua Libre de Amonio (A.L.A.)
 - Circular agua desionizada a través de una resina de intercambio catiónico DOWEX 50 W X8 20-50 mesh en forma de H+.
- e) Serie de estándares nitrógeno. (0 µg N-Total/L; 5 µg-N-Total/L; 40 µg N-Total/L; 100 µg-N-Total/L; 200 µg-N-Total/L; 400 µg-P/L; 500 µg-N-Total/L)
 - Diluir 0; 0,5; 4; 8; 10; 20, 40 y 50 mL de la solución madre de fosfato 1mg-N-Total/L en un matraz aforado de 100 mL
 - Llenar hasta el aforo con agua destilada.

Procedimiento experimental

Primero se digiere la muestra añadiendo 10 mL de muestra con 80 µL de H_2SO_4 concentrado en un tubo para método Kjeldahl, la cual fue llevada a una temperatura de 100°C en un equipo Kjendahl por un periodo de 3 días, hasta conseguir la evaporación

³ Solución estable por 10 – 15 minutos

⁴ Solución estable por 10 – 15 minutos

de la mezcla. Posteriormente se añadió A.L.A y 15 μL de H_2O_2 al 30%. Con el objetivo de eliminar la materia orgánica la mezcla fue llevada a 250°C durante 2 horas.

Una vez realizada la digestión, se añadió al tubo Kjeldahl 1,2 mL de solución hipoclorito y 1,2 mL de solución fenólica, para generar una solución coloreada, recordando siempre trabajar a luz tenue. Pasados 90 minutos se mide de la solución en una celda de 5 cm a una longitud de onda de 685 nm. Se repitió el mismo proceso con la serie de estándares.

2.1.7.5 Determinación de Alcalinidad Total (Carbonatos y Bicarbonatos) (APHA 2013)

Preparación de reactivos⁵

a) HCl 0,1 M

- 25 ml de HCl diluidos a 1 L.
- Estandarizar con NaOH 0,1 M.

b) Fenolftaleína

- 0,5 g de fenolftaleína
- 50 mL de etanol 95%
- 50 mL de agua destilada.
- Gotas NaOH 0,05 M libre de CO_2 hasta que la solución se ponga levemente rosada (pH 8,0 – 9,8)

c) Indicador mixto (indicador rango pH 4,6 – 5,2)

- 0,02 g de rojo metilo
- 0,08 g de verde bromo cresol
- 100 mL de etanol 95%

d) Indicador de naranja de metilo 0,05%. (indicador pH bajo 4,6)

- 0,05 g de naranja de metilo
- 100 mL de agua destilada.

e) Solución Buffer pH 8,3

- 59,4 mL de $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 0,005 M

⁵ Nota: Todos los reactivos deben estar exentos de CO_2

- 40,6 mL de 0,1 M HCl p.a. Merck®

Procedimiento experimental

Se mezcló 20 mL de muestra con 2 gotas de fenolftaleína en un matraz Erlenmeyer, donde se observó una tonalidad rojiza en la solución, para lo cual se tituló la mezcla con ácido hasta obtener un color débil.

Fue añadido gotas de buffer y una gota de fenolftaleína, prosiguiendo con la titulación hasta conseguir la coloración inicial de la muestra. Anotando el volumen de HCl gastando en el viraje.

Posteriormente se agregó 6 gotas a la mezcla del indicador mixto para determinar la Alcalinidad Total, continuando la titulación hasta el segundo punto de equivalencia.

Una vez finalizadas las titulaciones, se procedió a la elaboración de los cálculos para la obtención de la Alcalinidad total, Carbonatos y Bicarbonatos.

2.1.7.6 Determinación de Cloruro (Método de Mörh con nitrato de plata)

Preparación de reactivos

a) Ácido Sulfúrico 0,5 M

- Agregar a 400 mL de agua destilada, lentamente y con agitación, 14 mL de H₂SO₄ 96% p.a. Merck®.
- Enfriar y diluir a 500 mL.

b) Solución indicadora de cromato de potasio

- 50 g de K₂CrO₄ Merck® en un poco de agua destilada
- Agregar nitrato de plata p.a. EMSURE® Merck hasta la formación definida de un precipitado rojo.
- Dejar reposar por 12 h
- Filtrar y diluir a 1 L con agua destilada.

c) Solución estándar de nitrato de plata 0,02 M

- Diluir 20 mL de estándar de nitrato de plata Tritipur® Merck 1 M a 1L con agua destilada

Procedimiento experimental

Se tomó una alícuota de la muestra en un matraz Erlenmeyer de 250 mL para ser diluido a 100 mL con agua destilada. Además se incluyó un blanco.

Luego se añadió 1 mL de peróxido de hidrógeno, para eliminar las interferencias de sulfuro, sulfito o tiosulfato de la muestra.

Ya que la muestra se encontraba en el pH adecuado (entre 7 y 9), se procedió a agregar 1 mL de solución indicadora de cromato de potasio, para luego titular la solución con estándar de nitrato de plata 0,02 M hasta un color amarillo anaranjado, para finalmente registrar el volumen gastado.

2.1.7.7 Determinación de Sulfato (Método turbidimétrico)

Preparación de reactivos

a) Solución acondicionadora

- Mezclar 50 mL de glicerina en una solución que contenga 30 mL de HCl p.a. Merck® concentrado, 300 mL de agua destilada, 100 mL de alcohol etílico p.a. Merck® y 75 g de cloruro de sodio Merck®.

b) Solución estándar de sulfato 100 mg/L

- 147,9 g de Na_2SO_4
- Diluir a 1 L.

Procedimiento experimental

Se añadió 100 mL de muestra a un matraz Erlenmeyer de 250 mL, posteriormente fueron agregados 5 mL de la solución amortiguadora, siendo mezclado enérgicamente con un agitador magnético.

Durante la agitación de la mezcla fue agregada una cucharadita (0,2-0,3 mL) de cristales de BaCl_2 , para medir un 1 min exacto de agitación a velocidad constante.

Inmediatamente se midió la absorbancia a 420 nm en Espectrofotómetro UV-1700 PharmaSpec, SHIMADZU.

Para la curva de calibración se tomó 0,5; 10; 15; 20; 30 y 40 mL de la solución estándar, para ser llevada a un volumen final de 100mL con agua desionizada, para posteriormente seguir el mismo proceso que la muestra.

2.1.7.8 Determinación de Cationes (Na^+ , K^+ , Ca^{+2} , Mg^{+2}) (Espectrofotometría de Absorción Atómica)

Preparación de reactivos

- a) Solución de Lantano 11 g/L de La
- 12,9 g de óxido de lantano (La_2O_3) Merck® en 200 mL de agua desionizada en un matraz de aforo de 1 L.
 - Colocar en un baño de agua fría.
 - Agregar 110 mL de HCl p.a. Merck®, lentamente y agitando.
 - Enfriar y enrasar con agua desionizada.
- b) Solución de Lantano 50 g/L de La
- 59 g de óxido de lantano (La_2O_3) Merck® en 250 mL de agua desionizada en un matraz de aforo de 1 L.
 - Colocar en un baño de agua fría.
 - Agregar 250 mL de HCl p.a. Merck®, lentamente y agitando.
 - Enfriar y enrasar con agua desionizada.
- c) Serie estándares Sodio.
- 0; 20; 40; 60; 80; 100, 120 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Na Certipur® Merck.
 - Agregar 1 mL de HNO_3 p.a. Merck®
 - Diluir en un matraz aforo a 200 mL
- d) Serie estándares Potasio.
- 0; 1; 2; 5; 10; 20 mL de solución estándar de 1000 mg/L de K Certipur® Merck.
 - Agregar 1 mL de HNO_3 p.a. Merck®.
 - Diluir en un matraz aforo a 200 mL
- e) Serie estándares Magnesio.
- 0; 2; 4; 6; 8; 10 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Mg Certipur® Merck.
 - Agregar 1 mL de HNO_3 p.a. Merck®.
 - Diluir en un matraz aforo a 200 mL
- f) Serie estándares Calcio.

- 0; 6; 12; 18; 24; 30 mL de solución estándar de 1000 mg/L de Ca Certupur® Merck.
- Agregar 5 mL de HNO₃ p.a. Merck®.
- Diluir en un matraz aforo a 200 mL

Procedimiento experimental

Para determinar los metales disueltos, se utilizó la muestra sin acidificar y conservada a 4°C hasta el momento del análisis. Previo a su utilización ésta debió ser filtrada con una membrana de PVDF 0,45µm y acidificada con ácido nítrico (5 mL por L) hasta conseguir un pH < 2.

Potasio – Sodio. Se tomó 10 mL de la serie de estándares realizada y de la muestra para posteriormente añadir 1 mL de solución de Lantano 11g/L de La, para finalmente mezclar y medir.

Magnesio – Calcio. Se tomó 10 mL de la serie de estándares realizada y de la muestra para posteriormente añadir 1 mL de solución de Lantano 50 g/L de La, mezclar y medir.

Las condiciones en las que fueron realizadas las mediciones en el espectrofotómetro de absorción atómica SHIMADZU AA-6800 se resumen en la siguiente tabla:

Tabla 4. Condiciones EEA para determinar Ca, Mg, Na y K

Elemento	Longitud de onda (nm)	Tipo de Llama
Ca ⁺²	477,7	Aire-C ₂ H ₂
Mg ⁺²	285,2	Aire-C ₂ H ₂
Na ⁺	589,0	Aire-C ₂ H ₂
K ⁺	766,5	Aire-C ₂ H ₂

2.1.8 Caracterización de sedimentos

2.1.8.1 Preparación de sedimentos

De los frascos de 1L que transportaban el sedimento se eliminó el sobrenadante y se dispuso el sedimento en bandejas de polietileno para ser secadas a temperatura ambiente (Ver Figura 6).

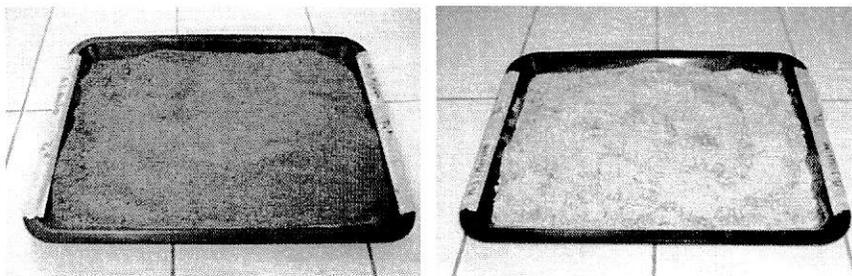


Figura 6. Muestras de sedimentos secas a temperatura ambiente⁶.

Una vez secas las muestras, se realizó una molienda en un mortero para destruir los pedrs existentes para un posterior tamizado con Tamiz USA Standard Testing Sieve luz de malla <math><2\text{mm}</math>. De esta forma fue posible obtener la fracción gruesa del sedimento, con la que se llevó a cabo la caracterización fisicoquímica del sedimento.

Finalmente fue utilizado un Tamiz USA Standard Testing Sieve luz de malla <math><63\mu\text{m}</math>, separando así la fracción fina, desde la cual se identificaron los metales.

2.1.8.2 Determinación de pH y conductividad

Se masó 10 g de sedimento (exactitud 0,1 g) en una Balanza analítica SHIMADZU AUX 220 al interior de un frasco plástico de boca ancha. Posteriormente se añadió 25 mL de agua desionizada Milli-Q y se tapó el frasco. Se dejó agitar durante dos horas en un Rotador Already Enterprise Inc DSR-2800A. Dicho proceso se realizó por duplicado y además de incluir un blanco.

Antes de destapar el frasco este se agitó de forma manual varias veces, para luego introducir el pH-metro y Conductivimetro Hanna HI 9813 Portable en la parte superior de la mezcla. El pH y conductividad eléctrica fueron determinados una vez estabilizada la lectura (exactitud 0,1 unidades).

⁶ Izquierda: Punto en el inicio de la vertiente. Derecha: Punto al interior del salar.

2.1.8.3 Determinación de Pérdida de peso a 105°C

Se masó aproximadamente 10 g de sedimento en un vaso precipitado limpio y seco en una balanza analítica SHIMADZU AUX 220. El recipiente debe ser tarado previamente. Luego el vaso con el sedimento en su interior, fue introducido en una estufa Electro Thermostatic modelo DHG-9147^a por un período de 24 horas a 105°C.

Una vez transcurrido el tiempo, la muestra fue retirada, dejándola enfriar en un desecador para su posterior determinación de masa. Se masó reiteradas veces hasta obtener una masa constante, manteniendo siempre la muestra en el desecador para evitar la absorción de la humedad ambiental.

2.1.8.4 Determinación de la materia orgánica por volumetría

Preparación de reactivos

- a) Dicromato de potasio 0,1667 M
 - 49,04 g de $K_2Cr_2O_7$ (seco a 105°C) p.a. Merck®. Diluir a 1L
- b) Sulfato ferroso 1 M
 - 280 g de $FeSO_4 \cdot 7 H_2O$ p.a. Merck®, en agua desionizada.
 - Añadir 80 mL de H_2SO_4 p.a. Merck®
 - Enfriar y diluir a 1L

Procedimiento experimental

Se utilizó una balanza analítica SHIMADZU AUX 220 para masar dos muestras con 0,5 g de sedimento por punto a analizar (exactitud 0,01g) en una matraz de Erlenmeyer. Se debe incluir un blanco.

A cada muestra se le añadió 10 mL de dicromato de potasio 0,1667M, luego se agregó 20 mL de ácido sulfúrico concentrado, se agitó y se dejó reposar por 30 minutos bajo campana. Sin embargo a las muestras provenientes del inicio de la vertiente se les debió añadir 10 mL adicionales, ya que contenían mayor cantidad de materia orgánica (Ver Figura 7).

Posteriormente se agregó 10 mL de ácido fosfórico concentrado para finalmente añadir 180 mL de agua desionizada Milli-Q. La mezcla fue titulada con sulfato de hierro

(II) 1 M con la ayuda de una Bureta digital Bürette Digital Brand y determinado con un electrodo de platino HANNA HI9813 GROECHEK.

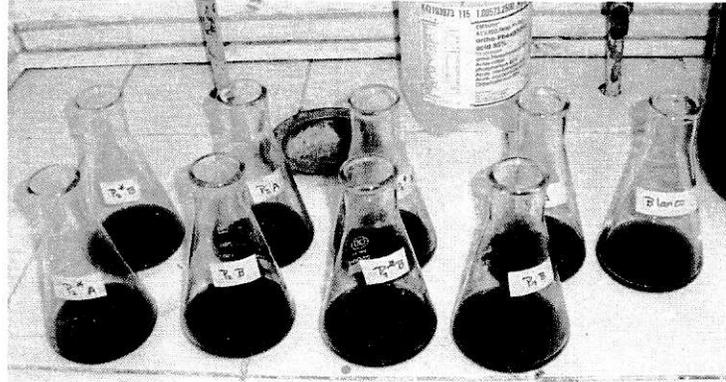


Figura 7. Combustión húmeda con dicromato de potasio

2.1.8.5 Determinación de Fósforo disponible (Método Olsen)

Preparación de reactivos

a) Reactivo Mezclado⁷

- 50 mL de H_2SO_4 4M (Agregar lentamente 56 mL de H_2SO_4 p.a. a 150 mL de agua bajo agitación constante. Una vez frío diluir a 250 mL con agua desionizada)
- 15 mL de molibdato de amonio (Disolver 4 g de $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ en 100 mL de agua desionizada)
- 30 mL de ácido ascórbico 0,1 M (Disolver 1,75 g de ácido ascórbico en 100 mL de agua desionizada)
- 5 mL de tartrato de potasio y antimonio (Disolver 0,275 g de $KSbOC_4H_4O_6$ en 100 mL de agua desionizada)
- 200 mL de agua

b) Solución de bicarbonato de sodio 0,5M a pH 8,5

⁷ El reactivo mezclado debe ser preparado previo al momento de su utilización

- Disolver 42 g de NaHCO_3 Merck® en 1L de agua desionizada. Ajustar a pH 8,5 agregando NaOH 1M Merck® (4g/100mL). En caso de sobrepasar el pH agregar NaHCO_3 0,5 M.
- c) Serie de estándares Fósforo.
- Diluir 10 mL de solución patrón de P 1000 mg/L p.a. Certipur® Merck en un matraz de aforo de 1 L y enrasar con agua desionizada.
 - Pipetear 0;1;2;3;4;5 mL de la solución previa en matraces de 250 mL con solución bicarbonato de sodio.

Procedimiento experimental

Se masó en una Balanza analítica SHIMADZU AUX 220 2,5 g de sedimento (exactitud 0,01g), los que fueron traspasados a frascos agitables de plásticos, incluyendo un blanco y una contra muestra.

A cada muestra se añadió 50 mL de solución de bicarbonato de sodio 0,5 M a pH 8,5. Dejando en agitación por 30 minutos en un Rotador Already Enterprise Inc DSR-2800A. Pasado el período de agitación las muestras fueron filtradas a través de un filtro fino Double rings 12,5 cm, Qualitative 102”.

Posteriormente, en distintos tubos de ensayo, se agregó 3 mL de la serie de estándares, 3 mL de los extractos de las muestras filtradas y lentamente 3 mL de reactivo mezclado. Se debe agitar cada mezcla ya que se produce la liberación de CO_2 .

Cada solución debe reposar al menos 1 hora para que se desarrolle el color azul al máximo. Finalmente se midió la absorbancia a 880 nm en Espectrofotómetro UV-1700 PharmaSpec, SHIMADZU.

2.1.9 Determinación de metales y no metales.

2.1.9.1 Determinación de Boro (Extracción con agua caliente)

Preparación de reactivos

- a) Solución Tampón
- 250 g de acetato de amonio
 - 15 g de EDTA

- 400 mL de agua
 - Lentamente, bajo campana, 125 mL de ácido acético glacial
- b) Azometina-H 0,9%
- 0,9 g de azometina-H
 - 2 g de ácido ascórbico
 - 100 mL de agua
- c) Serie estándares B
- Disolver 0,5716 g de H_3BO_3 en agua y diluir a 1L. Pipetear 0;1;2;3;4;5 mL de solución en un matraz de 200 mL y enrasar con agua desionizada.

2.1.9.1.1 Procedimiento experimental en muestras de sedimento.

Se masó en una Balanza analítica SHIMADZU AUX 220 10 g de sedimento (exactitud 0,01g) en matraz de fondo plano, incluyendo un blanco y una contra muestra. Luego se agregó 30 mL de agua desionizada Milli-Q a cada muestra, volviendo a masar la muestra con agua.

Los matraces con mezcla, fueron llevados a ebullición por exactamente 5 minutos en una plancha calefactora, generando la evaporación de agua, la cual debió ser repuesta con agua desionizada Milli-Q hasta obtener la masa inicial. Se esperó a que la solución estuviera fría, para filtrar por gravedad utilizando Filtros finos Double rings 12,5 cm, Qualitative 102.

En un tubo de ensayo, se tomó de 4 mL del extracto filtrado, 4 mL de solución tampón y 2 mL de azometina-H 0,9%, dejando reposar la mezcla entre 30-60 minutos. Finalmente se leyó la absorbancia a 420 nm en un Espectrofotómetro UV-1700 PharmaSpec, SHIMADZU. El mismo proceso fue realizado con 4 mL de los distintos puntos de la serie de estándares.

2.1.9.1.1.1. Procedimiento experimental en muestras de agua.

Se añadió 5 mL de muestra de agua en un tubo de ensayo. A cada muestra se le agregó 4 mL de la serie de estándares más 4 mL de solución tampón y 2 mL de azometina-H 0,9%, dejando reposar la mezcla entre 30-60 minutos, para luego leer la absorbancia a 420 nm en un Espectrofotómetro UV-1700 PharmaSpec, SHIMADZU.

2.1.9.2 Determinación Litio, Plomo y Cobre.

2.1.9.2.1 Extracción Litio, Plomo y Cobre desde los sedimentos

Una de las primeras metodologías de extracción química secuencial fue desarrollada por Tessier y col., (1979), la cual ha servido como base para el desarrollo de otros esquemas posteriores. Los procedimientos poseen una metodología común basada en la exposición sucesiva de una misma muestra sólida a soluciones extractantes de fuerza creciente y/o de características diferentes. Según Tessier y Campbell (1988) pueden clasificarse de la siguiente manera: electrolitos inertes concentrados, ácidos débiles, agentes reductores, agentes acomplejantes, agentes oxidantes y ácidos fuertes.

Cabe destacar que aún no existe una secuencia de aplicación plenamente aceptada, tampoco todos los métodos desarrollados incluyen la totalidad de los agentes mencionados. No obstante, existen cinco fases de fracciones que suelen ser objetivo común de análisis según el tipo de reactivo aplicado: (López y Mandado, 2002).

- i. **Fracción intercambiable:** Electrolitos concentrados.
- ii. **Fracción carbonatada:** Ácidos débiles.
- iii. **Fracción de óxidos y oxihidróxidos metálicos de Fe y Mn principalmente:** Agentes reductores.
- iv. **Fracción ligada a la materia orgánica:** Agentes oxidantes.
- v. **Fracción residual:** Ácidos fuertes.

2.1.9.3 Espectroscopia de absorción atómica con atomización por llama.

La espectroscopia de absorción atómica (EAA), tiene como fundamento la absorción de radiación de una longitud de onda determinada. Esta radiación es absorbida selectivamente por átomos que tengan niveles energéticos cuya diferencia en energía corresponda en valor a la energía de los fotones incidentes. La cantidad de fotones absorbidos, está determinada por la Ley de Beer, que relaciona ésta pérdida de poder radiante, con la concentración de la especie absorbente y con el espesor de la celda o recipiente que contiene los átomos absorbentes.

En la espectrofotometría de absorción atómica (EAA) con llama (aspiración directa) la muestra se aspira y atomiza en una llama. Un rayo de luz proveniente de una lámpara de cátodo hueco, o de una lámpara de descarga, se dirige a través de la llama a un monocromador y a un detector que mide la cantidad de luz absorbida. La absorción depende de la presencia de los átomos libres en la llama. Debido a que la longitud de onda del rayo de luz es característica del elemento que se está determinando, la luz absorbida por la llama es una medida de la concentración del metal en la muestra.

Esta técnica requiere de una llama para atomizar la muestra. Si bien es una técnica simple, rápida y aplicable a un gran número de elementos está limitada a elementos en solución, por lo que el análisis de metales totales en sedimentos y suelos requiere una digestión previa de la muestra.

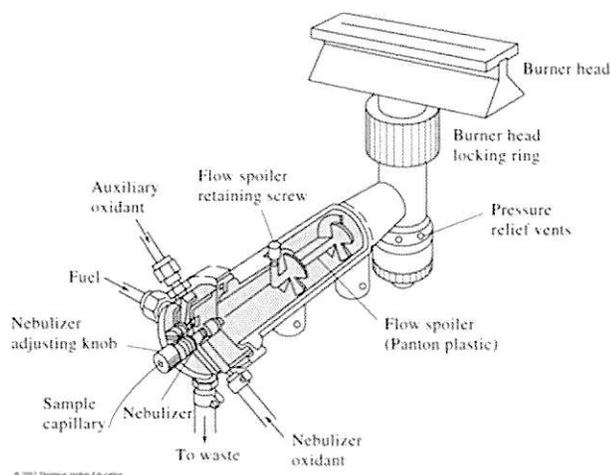


Figura 8. Componentes de un Espectrofotómetro de Absorción Atómica.

2.1.9.4 Preparación fracción total sedimento: Digestión ácida en microondas de alta resolución (Li, Cu, Pb).

Se masó 0,25 g de sedimento, previamente tamizado a <math><63 \mu\text{m}</math>, en Balanza analítica SHIMADZU AUX 220, lo cual fue traspasado a tubos recubiertos de teflón PFA transparentes. A cada tubo se le añadió 10 mL de ácido nítrico Suprapur 65% Merck®. Los tubos con las mezclas se llevaron a Microondas Mars-5 bajo el programa basado en

el método EPA 3051: Microwave assisted acid digestion of sediments, sludges, soils, and oils (EPA, 2007) detallado en la siguiente tabla:

Tabla 5. Programa de digestión ácida en microondas para sedimentos

Max Potencia (W)	Potencia %	Rampa (min)	Temperatura (°C)	Enfriamiento (min)
800	1000	11:00	175	15:00

Terminado el ciclo programado, se esperó a que las muestras estuviesen lo más frías posible, evitando así la liberación de gases. Luego se transfirió la mezcla a vasos precipitados, para ser filtrados con una membrana de PVDF 0,2 μm aforando a un volumen final de 100 mL con agua desionizada Milli-Q. Las soluciones fueron guardadas en frascos plásticos hasta el momento de su análisis en EAA.

2.1.9.5 Preparación de Fracción total en agua: Digestión ácida para metales (Li, Cu, Pb).

Se realizó un filtrado de las muestras de agua, las cuales habían sido preservadas con ácido nítrico Suprapur 65% Merck®. Se utilizó una membrana de PVDF 0,45 μm . Luego las muestras fueron guardadas en frascos de polietileno hasta el momento de su análisis en EAA.

2.1.9.6 Preparación de la Fracción soluble en sedimento: Digestión.

Preparación de reactivos

a) Ácido acético 0,11M

Se trató, lentamente, 3,14 mL de ácido acético glacial p.a. Merck ® a 500 mL con agua desionizada.

Procedimiento experimental.

En una Balanza analítica SHIMADZU AUX 220 se masó 0,5 g de sedimento al interior de frascos para agitar. A cada muestra se le añadió 40 mL de ácido acético

(CH₃COOH) 0,11M Merck®, y se dejó agitando por un período de 16 horas en Rotador Already Enterprise Inc DSR-2800A.

Posteriormente se centrifugó a 4000 rpm durante 15 minutos en una Centrífuga Equipo U-320 Equilab. El sobrenadante obtenido fue filtrado con una membrana de PVDF 0,22µm y finalmente almacenado en frascos de polietileno para su posterior análisis en EAA.

2.1.9.7 Condiciones del Espectrofotómetro de Absorción Atómica (EEA) para Li, Cu y Pb

Las condiciones del equipo dependerán del metal que se desea determinar. A continuación se indican las condiciones de acuerdo al metal a determinar:

Tabla 6. Condiciones EEA para determinar Cu, Pb y Li

Elemento	Longitud de onda (nm)	Tipo de Llama	Flujo del gas (L/min.)
Cu	324,7	Aire-C ₂ H ₂	1,8
Pb	217,0	Aire-C ₂ H ₂	2,0
Li	671,0	Aire-C ₂ H ₂	2,0

2.1.9.8 Determinación de Arsénico.

Para la determinación de arsénico se utilizó la técnica de absorción atómica con generación de hidruros, lo que permite cuantificar As en el orden de ppb.

La técnica consta de tres etapas fundamentales: la generación y volatilización del hidruro, la transferencia del mismo y su posterior atomización en el espectrómetro de AA.

La muestra disuelta en ácido diluido fue mezclada con borohidruro de sodio (NaBH₄), reacción que produce H atómico que reacciona con el As en la solución para formar hidruros volátiles.

Posteriormente se añade yoduro de potasio para acelerar la reducción y que sea una reacción completa. Una vez obtenido el gas este es transferido a un tubo de cuarzo que calentado por la llama produce la disociación y atomización de los átomos.

Preparación de reactivos

- a) Ácido Ascórbico 5,5% p/v
Masar 5,5 g de ácido ascórbico Merck® p.a. y aforar a 100 mL con agua desionizada Milli-Q.
- b) Yoduro de Potasio (KI) 6,7% p/v
Masar 6,7g de KI Merck® p.a. y aforar a 100 mL con ácido ascórbico 5,5% p/v
- c) Ácido Ascórbico 10% p/v
Masar 10 g de ácido ascórbico Merck® p.a. y aforar a 100 mL con agua desionizada Milli-Q.
- d) Yoduro de Potasio (KI) 5,8% p/v
Masar g de KI Merck® p.a. y aforar a 100 mL con ácido ascórbico 10% p/v
- e) Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,125M
Masar 5 g de NaOH Merck® p.a. y aforar a 1 L con agua desionizada Milli-Q
- f) Boro hidruro de Sodio (NaBH₄) 2% p/v
Masar 10 g de NaBH₄ Merck® p.a. y aforar a 500 mL con NaOH 0,125M
- g) Boro hidruro de Sodio (NaBH₄) 0,19% p/v
Masar 0,95 g de NaBH₄ Merck® p.a. y aforar a 500 mL con NaOH 0,125M
- h) Ácido Clorhídrico (HCl) 15%v/v
Tomar 75 mL de HCl Suprapur® 30%. Aforar a 500 mL con agua desionizada Milli-Q
- i) Ácido Clorhídrico (HCl) 14%v/v
Tomar 70 mL de HCl Suprapur® 30% y aforar a 500 mL con agua desionizada Milli-Q

2.1.9.8.1 Procedimiento experimental curva de calibración sedimentos

Se masó tubos de centrifuga estériles de 15 mL vacío, y luego se volvió a masar con la alícuota del estándar, la que varía de acuerdo a la concentración deseada de Arsénico.

A cada tubo se adicionó HNO₃ 2% hasta completar un volumen de 10 mL. Finalmente se añadió 2 mL de HCl 30% y 3 mL de KI 6,7% p/v, para luego homogenizar, volver a masar el tubo completo y medir en EEA

2.1.9.8.2 Procedimiento experimental muestras de sedimento

Se masó 10 mL de muestra digerida y diluida 10 veces en tubos de centrifuga estériles de 15 mL. Luego se adicionó 2 mL de HCl 30%, 3 mL de KI al 6,7% p/v para luego homogenizar, masar el tubo con todos los reactivos y medir en EEA.

2.1.9.8.3 Procedimiento experimental curva de calibración aguas

Se realizó el procedimiento descrito en el acápite 2.10.4.1, modificando la concentración de KI a 5,8% p/v.

2.1.9.8.4 Procedimiento experimental muestras de aguas

Se masó 10 mL de muestra estabilizada y filtrada en tubos de centrifuga estériles de 15mL. Luego se adicionó 2 mL de HCl 30%, 3 mL de KI al 5,8% p/v para luego homogenizar, masar el tubo con todos los reactivos y medir en EEA.

2.1.9.8.5 Condiciones experimentales del Espectrofotómetro de Absorción Atómica para determinar As

Las condiciones del equipo para la determinación de arsénico son las siguientes:

Tabla 7. Condiciones EEA para determinar As.

Elemento	Longitud de onda (nm)	Tipo de Llama	Flujo del gas (L/min.)
As	193,7	Aire-Acetileno	3

III. RESULTADOS Y DISCUSION

Este capítulo ha sido dividido en cuatro temas:

- Parámetros fisicoquímicos básicos.
- Material en suspensión.
- Nutrientes.
- Metales, no metales y metaloides.

A continuación se realiza un análisis de los puntos previamente mencionados:

3.1 Parámetros fisicoquímicos básicos en agua y sedimento.

En este punto es importante mencionar que en el caso de las aguas algunas variables tales como: temperatura, pH, conductividad eléctrica, salinidad y STD fueron determinados *in-situ*; contrario al caso de los sedimentos donde todos los parámetros fueron determinados en el laboratorio.

3.1.1 Variables fisicoquímicas medidas en agua

De los resultados obtenidos en las aguas fue posible observar leves diferencias entre las muestras provenientes del inicio y final de la vertiente. Por una parte la temperatura presentó un incremento de 2,65°C al final de la vertiente con respecto al inicio, lo cual es atribuido fundamentalmente a diferencias horarias en la recolección de las muestras; punto inicial (P1) 13:00 h y punto final (P5) 16:00 h aproximadamente. Adicionalmente debe ser considerado como un factor relevante, las variaciones estructurales presentes en los sectores de muestreo, ya que las columnas de aguas mostraban diferencias sustanciales en sus niveles de profundidad, existiendo alrededor de 0,5 m de profundidad en el inicio y sólo unos pocos centímetros (aprox. 3 cm) en el final de la vertiente. Este es un factor que influye considerablemente en la temperatura, especialmente cuando no existe un flujo de agua constante con un caudal elevado capaz de mantener la misma temperatura a lo largo de todo el fluido.

En el pH se observa una alcalinidad levemente mayor al final de la vertiente, una vez que el agua se inserta en el salar. Es decir las condiciones en el medio se vuelven cada vez más alcalinas a medida que el salar se va consolidando.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Respecto a la conductividad eléctrica y salinidad, es posible apreciar una mayor conductividad eléctrica y salinidad al inicio de la vertiente. Sin embargo al ser esta diferencia tan pequeña, no sería correcto inferir que el inicio de la vertiente posee mayores concentraciones de iones en solución sólo en base de los dos parámetros mencionados.

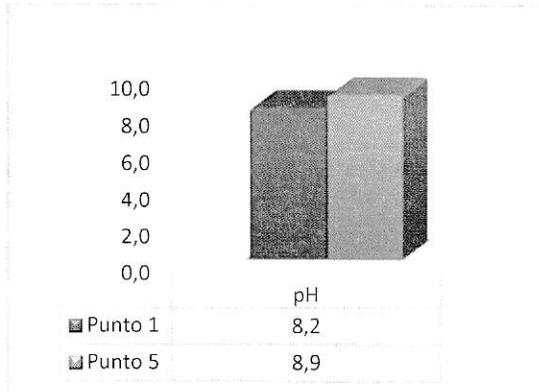


Figura 9. pH medido en aguas

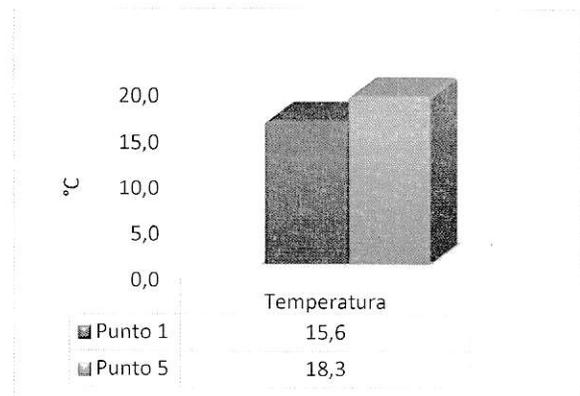


Figura 11. Temperatura en aguas

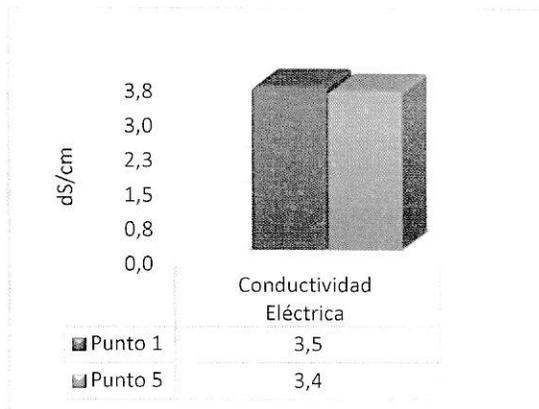


Figura 10. Conductividad eléctrica determinada en aguas

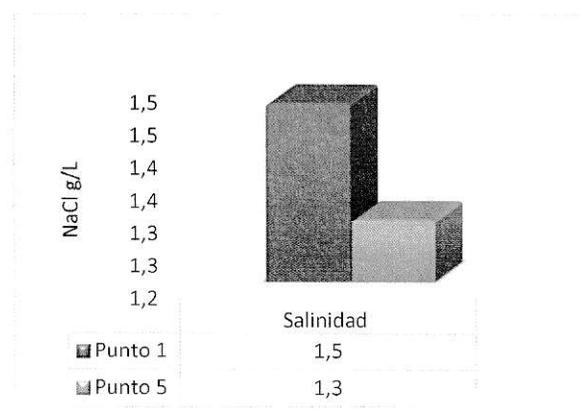


Figura 12. Salinidad determinada en aguas.

3.1.2 Variables fisicoquímicas medidas en sedimentos

En relación a las mediciones llevadas a cabo en los sedimentos, es importante mencionar que tanto el pH como la conductividad eléctrica fueron determinados a una temperatura ambiente de 20,4°C. Debido a la falta de rangos límites en sedimento para

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

pH y C.E. en normativa, nacional o internacional, se procedió a comparar los datos con valores obtenidos de estudios previos realizados en el área de estudio.

Los valores de estudios previos poseen un rango muy amplio, lo cual manifiesta lo variable que pueden ser las condiciones de un punto a otro al interior del salar. De los datos recopilados bibliográficamente (Risacher, 1999) fue posible apreciar valores que van desde los 0,174 a 57,2 dS/m para el caso de la conductividad eléctrica y desde los 7,09 a 9,37 para el caso del pH. Si bien los rangos encontrados son amplios, de igual forma sería posible establecer que los valores determinados en este estudio están dentro de los rangos históricos existentes.

Al realizar una comparación entre los dos puntos estudiados, es posible apreciar que el punto final de la vertiente presenta condiciones más alcalinas en comparación al inicio. Lo anterior puede ser vinculado a la mayor presencia o concentración de sales en los sedimentos del interior del salar, como por ejemplo grupos hidroxilos.

Respecto a la conductividad eléctrica en los sedimentos, la muestra perteneciente al inicio de la vertiente presenta un valor mayor, lo cual se debe posiblemente a una mayor concentración de sales solubles, las cuales no son retenidas en la muestra, en comparación a la obtenida desde el interior del salar.

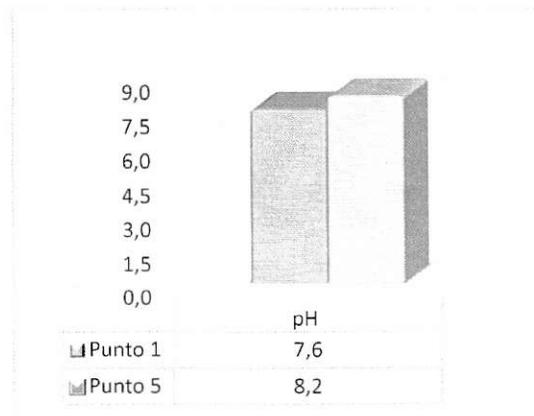


Figura 13. pH determinado en sedimento

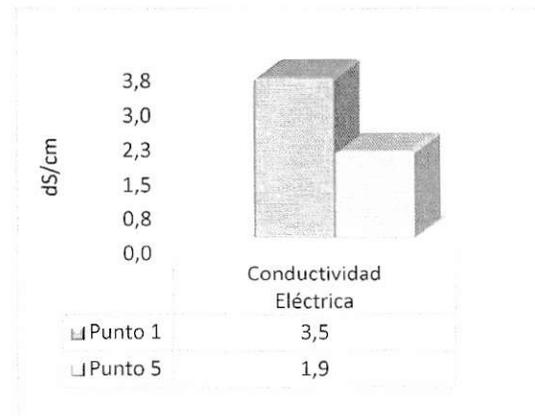


Figura 14. Conductividad eléctrica medida en sedimento

3.2 Material en suspensión.

La determinación de especies iónicas presentes en solución corresponde a un análisis realizado sólo a las muestras de aguas.

3.2.1 Sólidos Totales Disueltos (STD) en muestras de aguas

Uno de los parámetros básicos al momento de caracterizar el material en suspensión presente en solución corresponde a la determinación de los Sólidos Totales Disueltos (STD). Con este parámetro se puede obtener un valor cuantitativo de la concentración total de los iones en solución.

De acuerdo a los valores obtenidos es posible señalar una mayor concentración de sales al final de la vertiente, mostrando concordancia tanto con las condiciones ambientales como con los resultados obtenidos previamente. Esta situación es generada mayoritariamente producto de las condiciones climáticas presentes en el lugar, donde la intensidad de la radiación solar provoca la evaporación del agua presente en la vertiente con el consecuente incremento de la concentración de las sales presentes en solución; se evidencia un incremento de un 13% de iones en solución de la muestra proveniente del final de la vertiente con respecto de las que vienen del principio.

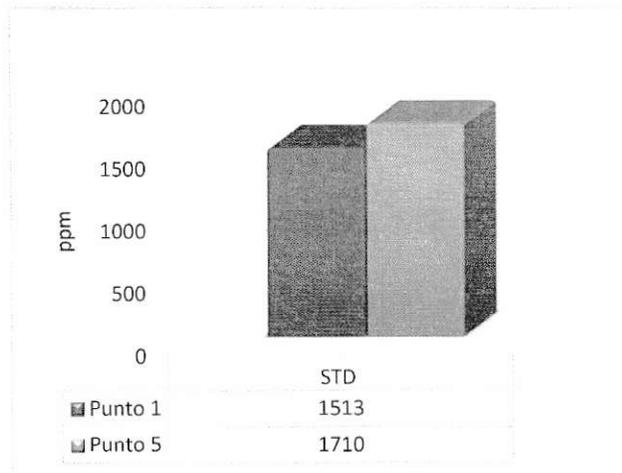


Figura 15. Sólidos Totales Disueltos (STD) en aguas.

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Adicionalmente se analizó la presencia de especies específicas en las muestras, correspondientes a calcio, potasio, magnesio, cloruro y sulfato, lo cual se resumen en las siguientes figuras:

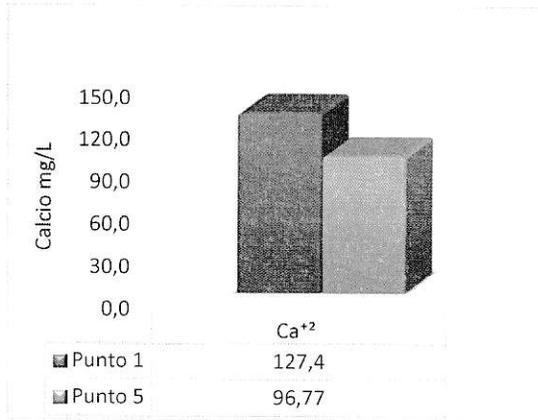


Figura 16. Concentración de calcio en agua

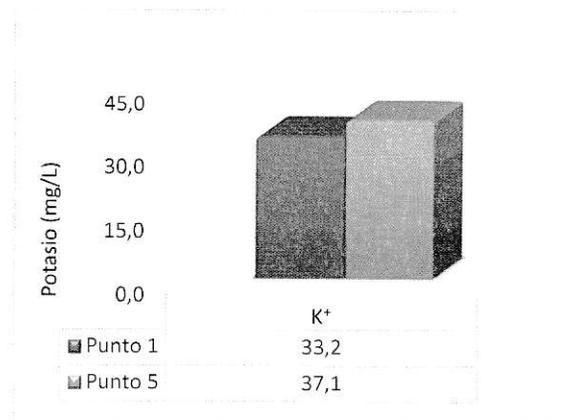


Figura 18. Concentración de potasio en agua

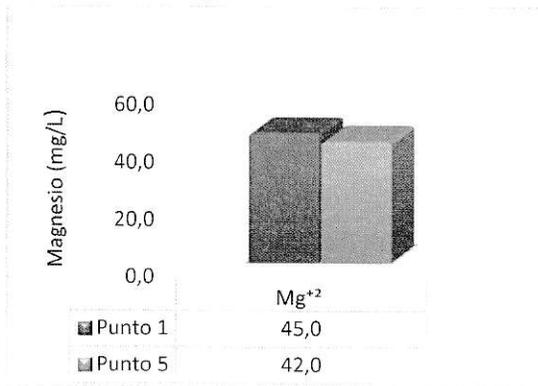


Figura 17. Concentración de magnesio en agua

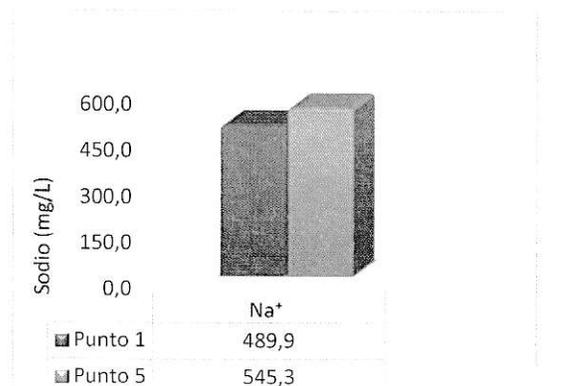


Figura 19. Concentración de sodio en agua

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

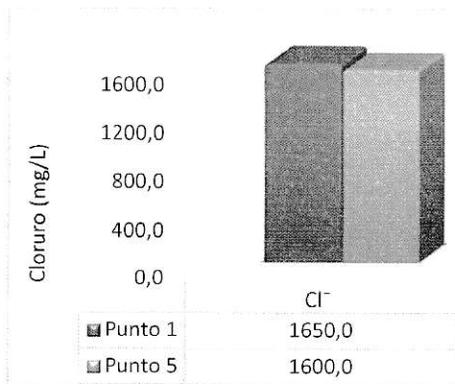


Figura 20. Concentración de cloruro en agua

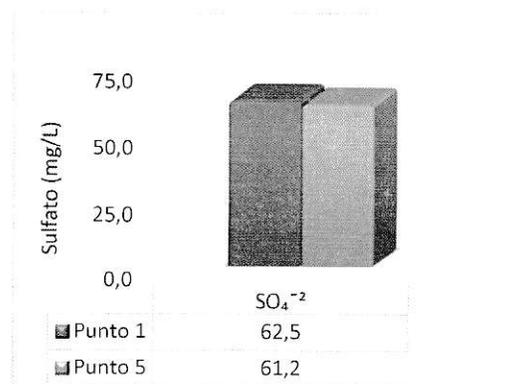
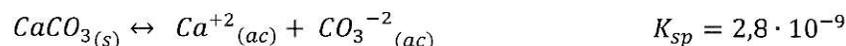


Figura 21. Concentración de sulfato en agua

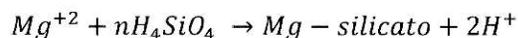
De los resultados obtenidos no es posible indicar que existen diferencias significativas entre el punto de inicio de la vertiente y el de fin, ya que las variaciones entre ambos son muy pequeñas. No obstante es posible inferir el por qué algunos iones están en mayor concentración que otros.

Los distintos niveles de iones presentes en las muestras de aguas son producto de la formación de sales a medida que se va desarrollando la formación del salar. Cuando el cuerpo de agua se evapora, la concentración y precipitación de sus minerales se concentrarán y precipitan de acuerdo a las solubilidades crecientes. Según información bibliográfica y a su constante de solubilidad, el primer mineral formado en este tipo de ambiente es la calcita (CaCO₃):

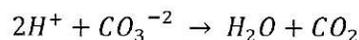


Posterior a la precipitación de la calcita siguen los silicatos de magnesio o en su defecto a carbonatos de magnesio, las que también corresponden a sales poco solubles. Esta precipitación puede tener dos vías: en silicatos o en carbonato, tal como lo describen las siguientes ecuaciones:

- 1) En vía alcalina, el aumento de pH a menudo induce a la formación de silicatos de magnesio de acuerdo a la siguiente reacción general:

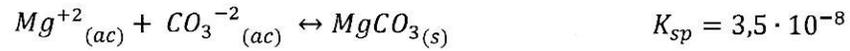


- 2) Los iones hidrógeno neutralizan parte del bicarbonato y carbonato:



RESULTADOS Y DISCUSIÓN

- 3) Consumiendo parte de solución CO_3^{-2} , provocando una disminución en la concentración de carbonato haciéndola inferior a la de calcio o precipitándola como carbonato de magnesio (magnesita); en ambos casos se desvía la solución a una vía sulfatada:



Por otra parte de la alcalinidad total presente en las muestras de aguas, y a su vez las especies vinculadas a este parámetro como el carbonato y bicarbonato, fueron obtenidos los siguientes resultados:

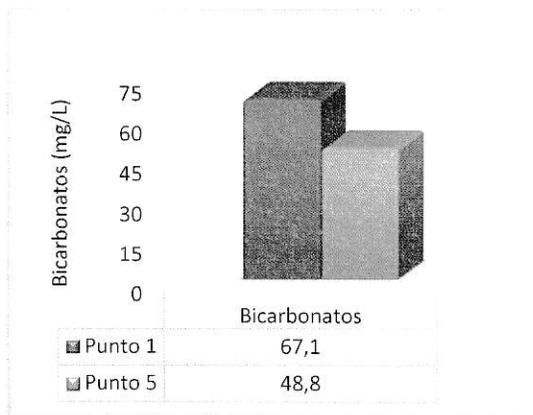


Figura 22. Concentración bicarbonato en agua

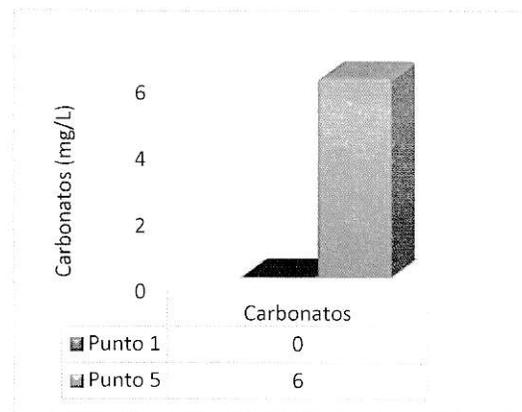


Figura 23. Concentración carbonato en agua

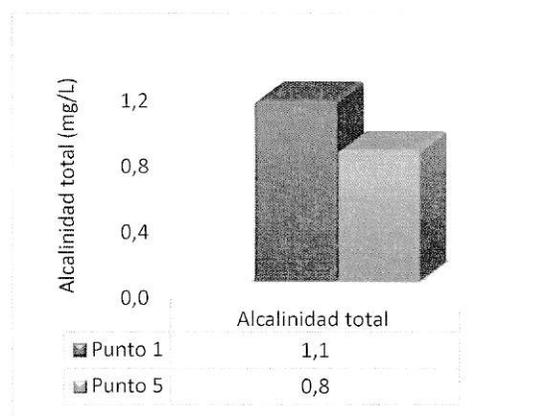


Figura 24. Concentración alcalinidad total en agua.

Referente a estas mediciones es correcto indicar que la alcalinidad de las aguas superficiales está determinada generalmente por el contenido de carbonatos, bicarbonatos e hidróxidos, siendo éste parámetro un indicador de dichas especies iónicas. Se aprecia una mayor alcalinidad al inicio de la vertiente, situación otorgada principalmente por los bicarbonatos presentes en solución como consecuencia de la evaporación, generando un cambio de bicarbonato a carbonato.

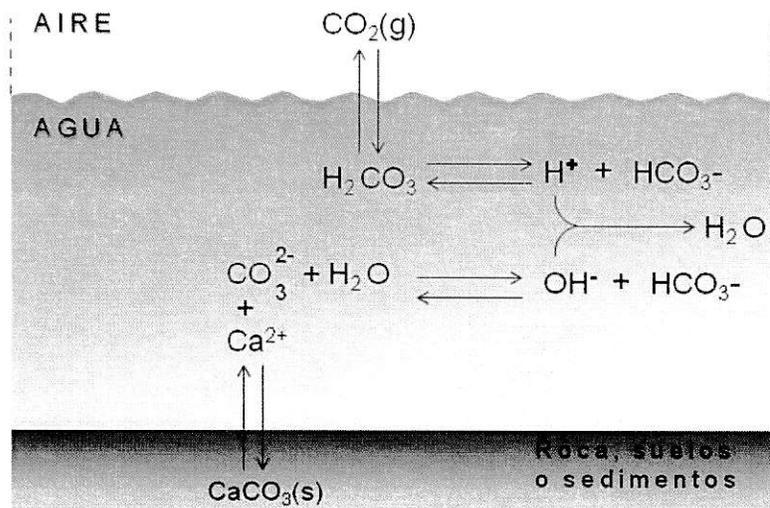


Figura 25. Equilibrios trifásicos en el sistema CO_2 /Carbonato

Cabe mencionar que el tipo de especies presentes en solución dependerá, entre varios factores, de la naturaleza del suelo con que el agua haya estado en contacto. Estudios anteriores en salares vecinos (Crespo y col., 1987) indican la presencia en las salmueras y aguas minerales de los iones Na^+ , K^+ , Mg^{+2} , Ca^{+2} , Cl^- , SO_4^{-2} , carbonatos, bicarbonatos, sulfuros y boratos, por lo que obtener elevadas concentraciones en las aguas no está fuera de lo esperado, dado a las condiciones geológicas y climáticas identificadas en el lugar.

Caracterizaciones previas llevada a cabo en las aguas del salar de Ascotán, indicaron que las salmueras de las lagunas alimentadas a partir de las vertientes orientales son del tipo cálcico: Na-(Ca) / Cl. Referente a las vías evolutivas y relación con la geología, las aguas de aporte siguen todas las vías evolutivas al evaporarse:

- **Vía carbonatada:** Se da en algunas aguas del sector occidental y unas del extremo sur de la cuenca.
- **Vía alcalina sulfatada:** Se encuentran en el sector occidental, mezcladas con las aguas de vía alcalina sulfatada.
- **Vía neutra sulfatada:** Ubicadas al sur del salar.
- **Vía neutra cálcica.** Se encuentran en el sector oriental de la cuenca (Risacher, 1999).

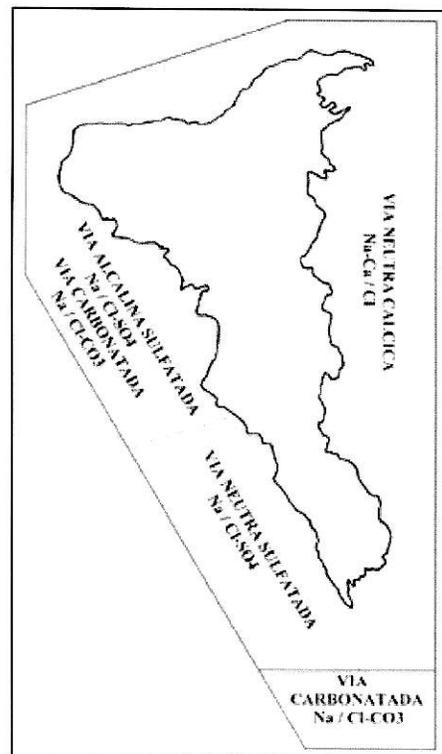


Figura 26. Distribución de las vías evolutivas en la cuenca de Ascotán

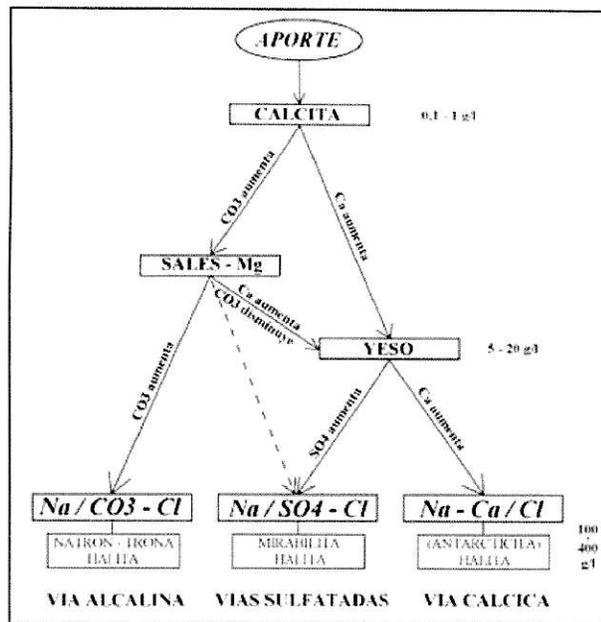


Figura 27. Vías evolutivas

Lo anterior es relevante, ya que la vía calcíca implica que la solución tiene más calcio que sulfato y después de precipitar el yeso llega a una salmuera calcíca, mostrando concordancia con los valores determinados.

3.3 Nutrientes

Con el objeto de facilitar el análisis de los valores obtenidos los resultados son separados en agua y en sedimentos.

3.3.1 Agua

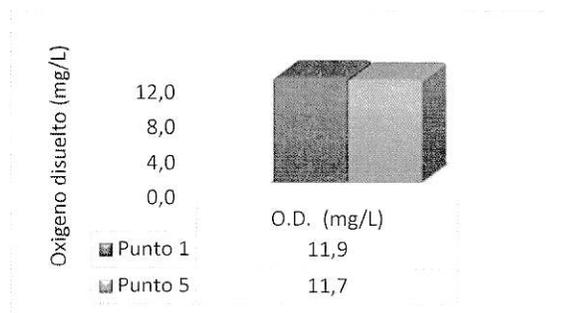


Figura 28. Concentración oxígeno total determinado en agua.

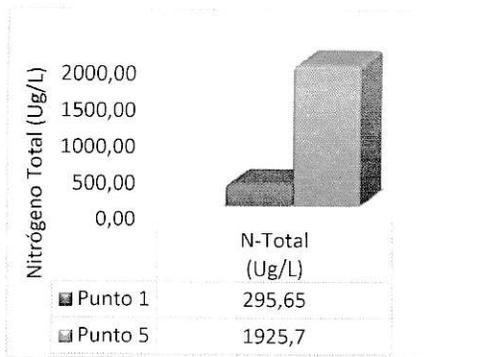


Figura 29. Concentración nitrógeno total en agua.

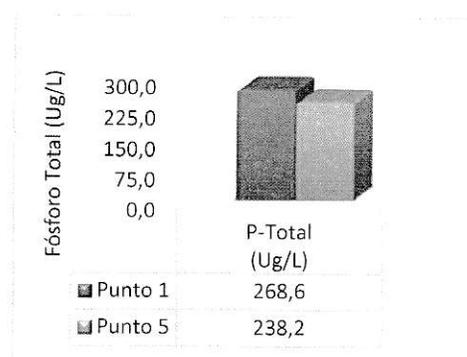


Figura 30. Concentración fósforo total en agua.

En base a los valores señalados es preciso indicar que los niveles de oxígeno disuelto en general son altos, pero similares entre ambos puntos muestreados. Los niveles registrados en ambos puntos son atribuibles a tres factores: altitud, salinidad y contenido mineral.

Es sabido que el agua contiene menos oxígeno en lugares altos, además de disminuir a medida que aumenta la salinidad y en consecuencia disminuye cuando el contenido mineral aumenta.

Referente a las diferencias observadas entre ambos puntos analizados éstas podrían estar determinadas por dos factores: temperatura y turbulencia. Tal como se indicó previamente en el punto inicial existía una menor temperatura, siendo posible mantener una mayor concentración oxígeno producto de la disminución de solubilidad que se genera.

En relación a los niveles de nitrógeno y fósforo en las salmueras, se aprecian diferencias significativas sólo en el nivel de N-Total presentes en el agua, evidenciando una mayor concentración al final de la vertiente. Esto puede ser a causa del bajo nivel de movimiento que tienen las aguas como consecuencias de la evaporación al final de la vertiente lo que podría generar la eutroficación de las aguas.

3.3.2 Sedimentos

Los niveles de carbono orgánico y fósforo total identificados en sedimento se detallan en la siguiente figura:

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

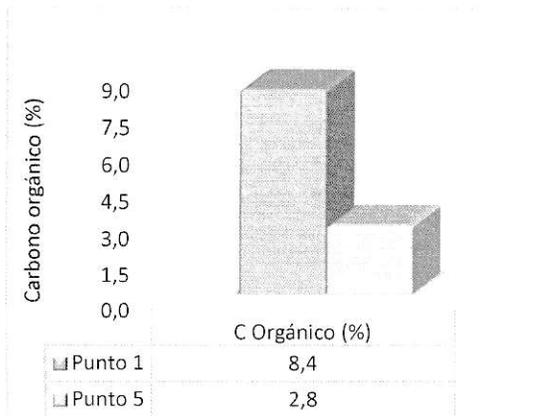


Figura 31. Carbono orgánico en sedimento

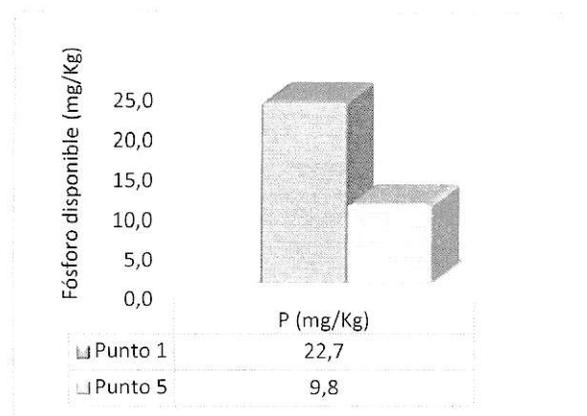


Figura 32. Fósforo disponible en sedimento

De los nutrientes determinados en el sedimento fue posible establecer una mayor concentración de C orgánico en las muestras de sedimento extraídas al inicio de la vertiente, lo cual tiene relación con los niveles de sales presentes en los sedimentos, conllevando así en un bajo nivel de vegetación de las muestras provenientes del interior del salar. Destacando además, que un elevado nivel en la salinidad, genera una dispersión de las arcillas presentes en los sedimentos (o suelos), teniendo como consecuencia un escaso desarrollo de vegetación, donde solo las especies adaptadas para vivir en condiciones de alta salinidad conocidas como halófitas generalmente forman comunidades particulares, diferentes de hábitats menos salinos (Braun-Blanquet, 1979).

Del P disponible presente en sedimentos, se observa una mayor concentración al inicio de la vertiente, siendo ésta significativamente mayor respecto a las muestras recolectadas desde el interior del salar siendo un poco más del doble al inicio más de P en los sedimentos provenientes al inicio de la vertiente, en comparación a los del punto final.

El fósforo corresponde a uno de los tres macronutrientes, junto con el nitrógeno y potasio, requeridos por las plantas para un crecimiento óptimo, los cuales además son requeridos en grandes cantidades al ser comparados con los micronutrientes (Zinc, Hierro, Boro, etc.). Motivos por los cuales es posible justificar el bajo nivel de vegetación

al final del salar, destacado por escasa presencia de vegetación, contrario a lo evidenciado al inicio de la vertiente, donde fue observado un elevado nivel de macrófitas.

3.4 Determinación de metales, no metales y metaloides.

3.4.1 Boro

En general se detecta una mayor concentración de boro en el sedimento en comparación a las aguas. Referente a los puntos de estudio, se evidencia una mayor concentración de Boro al inicio de la vertiente, para el caso del sedimento, contrario a lo que sucede en las aguas, donde la mayor concentración se registra al final de la vertiente, tal como lo muestran las siguientes figuras:

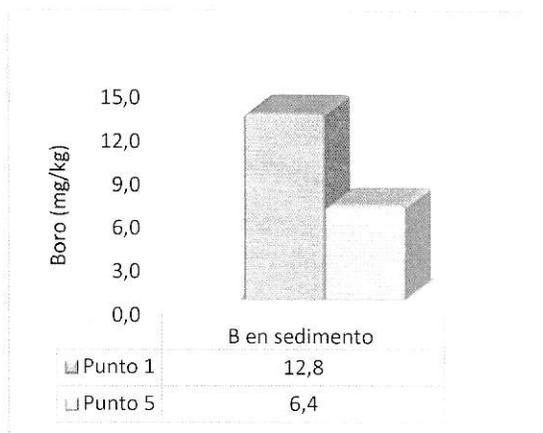


Figura 33. Concentración de boro en sedimento.

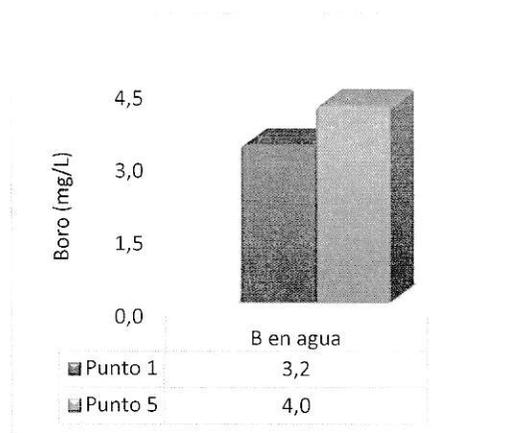


Figura 34. Concentración de boro en agua.

Dadas las características del lugar, se esperaba encontrar elevadas concentraciones de este elemento por sobre el resto de los minerales estudiados; destacando al Salar de Ascotán como una fuerte fuente generadora de ulexita ($\text{NaCaB}_5\text{O}_6(\text{OH})_6 \cdot 5(\text{H}_2\text{O})$) obteniendo ordenes de 4.000 toneladas mensuales por parte de empresas tales como Quiroborax (SEA, 2004).

Como se ha mencionado las sales poseen un orden distribución espacial al interior de los salares (Figura 35), siendo determinadas mayoritariamente por la solubilidad de las especies; idealmente las menos solubles se depositan en los bordes

del salar y las más solubles hacia su centro. Aunque si la cuenca es asimétrica las sales más solubles se depositan en la parte más profunda de la cuenca, que puede corresponder a un borde del salar (CEC, 2015).

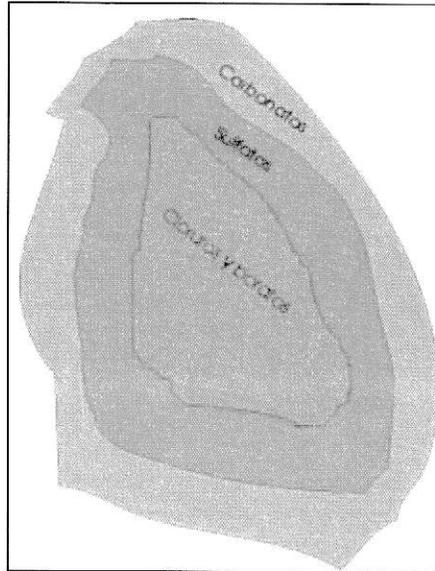


Figura 35. Distribución de sales en un salar

En consecuencia, el motivo de encontrar una mayor concentración de Boro disuelto en las aguas al final de la vertiente y una mayor concentración en los sedimentos extraídos del inicio, se justifican debido a la alta solubilidad que posee el mineral lo cual provoca una tardía precipitación en el salar.

La acumulación de boro puede observarse en la costra salina que se va formando en la superficie del salar a medida que se evapora el agua de la vertiente. Observaciones de otros autores (Chong y col., 2000) indican que, en la actualidad, hay una deposición significativa de boratos a través de fuentes termales, y que todos los yacimientos conocidos en los salares se ubican, en relación con el nivel freático, en los primeros metros, a partir de la superficie, de las secuencias salino-detriticas de las cuencas. Dicha costra contiene un conjunto de sales asociados en su mayoría al boro, por lo cual los niveles de este elemento disminuyen considerablemente ya al final de la vertiente, acumulándose mayoritariamente en la costra y no en los sedimentos.

Finalmente mencionar que la génesis de los yacimientos está estrechamente relacionada a procesos volcánicos que serían los que proporcionan los boratos, donde mecanismos de evaporación, en climas áridos a semiáridos, favorecerían los procesos de concentración en cuencas evaporíticas y/o lacustres (Chong y col. 2000).

3.4.2 Cobre

Respecto a las concentraciones de Cu determinadas es importante destacar que solamente los análisis realizados en la fracción total del sedimentos dieron resultados sobre el límite de detección, obteniendo una mayor concentración al final de la vertiente con respecto al inicio.

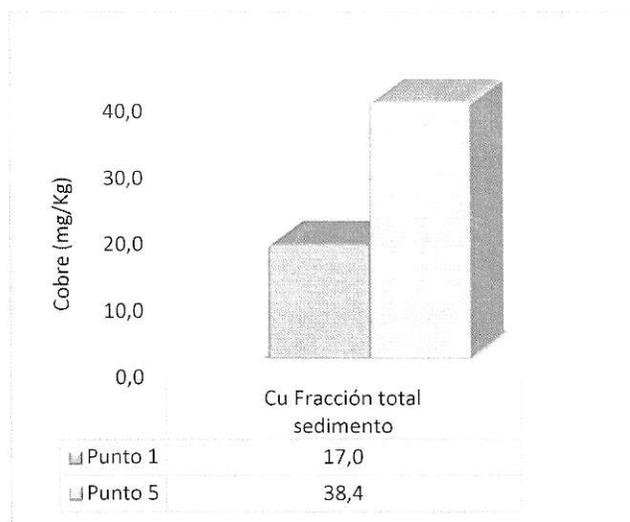


Figura 36. Concentración de Cobre Total en el sedimento.

Si bien en zonas de los Andes donde se encuentra la mayor concentración de boratos, también resulta de interés mencionar que se ubican yacimientos de cobre, molibdeno, estaño, nitratos, yodo y azufre con dimensiones de escala mundial (Chong, 2000). Es por este motivo que es posible identificarlo, pero solamente en la fracción total del sedimento; recordando que este metal es fuertemente explotado en la Segunda Región del país, en minas a tajo abierto (yacimientos que se encuentran a ras de suelo) y en minas subterráneas (yacimientos bajo tierra), destacando en ambos casos la presencia en el suelo, explicando así su presencia en el sedimento y no en las aguas.

3.4.3 Litio

Para el litio sólo las concentraciones obtenidas de las muestras de agua se encontraron sobre el límite de detección. Esto es consecuencia de que la probabilidad de que el litio este asociado a pegmatitas⁸ es de un 30% en comparación al 70% en salmueras (SERNAGEOMIN, 2014), por lo tanto los valores determinados muestran concordancia con lo descrito en la bibliografía.

Al comparar los valores obtenidos entre el inicio y final de la vertiente, no es posible hablar de diferencias entre ambos puntos, ya que la diferencia entre ambos es tan sólo de 0,51 mg/L, tal como muestra la figura a continuación:

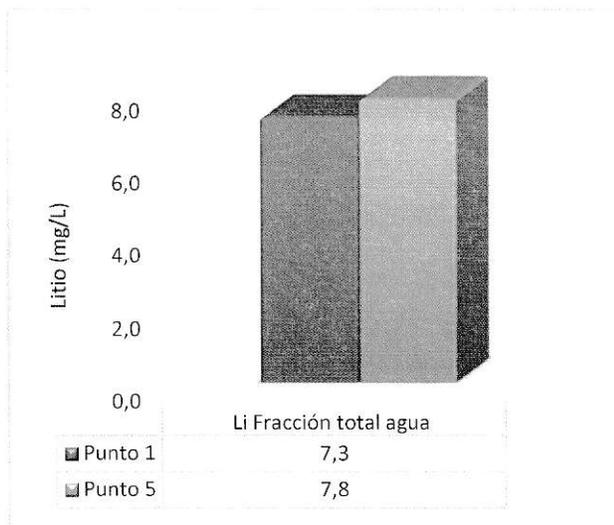


Figura 37. Concentración de Litio en aguas.

3.4.4 Plomo

De los análisis fue posible establecer que no hay presencia de plomo tanto en las salmueras o en el sedimento, independiente de la fracción objeto de estudio.

Lo anterior puede deberse a que el plomo, casi siempre asociado a zinc, se encuentran en yacimientos de sulfuros masivos que se presentan como cuerpos irregulares, bolsones y vetas, de origen volcánico, y que se distribuyen en dos grandes sectores del país. El primero, entre las Regiones de Arica y Parinacota, esencialmente

⁸ La pegmatita es una roca ígnea con tamaño de grano alrededor de 20 mm. La mayoría de las pegmatitas están compuestas por granito, que contiene cuarzo, feldespato y mica.

relacionado con yacimientos de cobre, plata y oro. El segundo, entre las Regiones de Aysén y Magallanes, donde se ubican los más importantes yacimientos del país con mineralización de plomo, zinc, oro y plata (SERNAGEOMIN, 2015).

3.4.5 Arsénico

Fueron determinadas pequeñas concentraciones de arsénico en todas las muestras, donde ninguna superó el límite de detección.

Con respecto a la baja presencia es importante mencionar, que el arsénico es un metaloide que se encuentra como contaminante natural en muchos cursos de agua y napas de agua subterránea, sin embargo en la costa oeste de América del Sur, a menudo se encuentra ligado al cobre (Minería Chilena, 2014), lo cual muestra relación con los bajos valores de Cu obtenidos en el estudio.

3.5 Comparación con estudios previos y/o normativa aplicable

3.5.1 Aguas.

- **Norma Chilena 1.333 de 1978 (modificada 1987).**

Para tener una mejor idea de los valores obtenidos se compararán los valores determinados con los establecidos en la Norma Chilena 1.333 de 1978, modificada en 1987, "Requisitos de calidad de agua para diferentes usos", realizando sólo una comparación entre los usos de riego y vida acuática.

De la comparación con los valores indicados para el desarrollo de vida acuática, sólo se presenta fuera de rango la alcalinidad total, estando muy por debajo del mínimo establecido por la ley. No obstante es importante recordar que en Ascotán existe el desarrollo de vida acuática, de especies totalmente adaptada para este tipo de ambiente como es el caso de *Orestias ascotanensis*, clasificada como especie En Peligro (EN) según el Reglamento de Clasificación de Especies Silvestres (RCE) (D.S. 51/2008 MINSEGPRES).

Por otra parte, para el uso de riego, excede el límite permitido en boro y litio, dos de los elementos detectados en abundancia, los cuales son explotados de los salares. Ver Tabla 8 a continuación:

Tabla 8. Comparación de resultados con la NCh 1.333 de 1978 modificada en 1987.

Parámetro	NCh 1.333 riego	NCh 1.333 vida acuática	Inicio vertiente (Punto 1)	Final vertiente (Punto 5)
pH	5,5 – 9,0	6,0 – 9,0	8,2	8,9
CE dS/m	3 – 7,5		3,5	3,4
Salinidad NaCl g/L			1,5	1,3
STD ppm	2000 – 5000		1513	1710
T°C		En flujos de agua corriente, no debe aumentar el valor natural más de 3°C	15,6	18,3
Ca mg/L			127,4	96,8
Mg mg/L			45,0	42,0
Na mg/L			489,9	545,3
K mg/L			33,2	37,1
Cloruros mg/L			1650	1600
O.D. mg/L		5 mg/L mínimo	11,9	11,7
Alcalinidad total		20 mg/L de CaCO ₃ mínimo	1,1 mg/L	0,8 mg/L
Carbonatos mg/L			0,0	6,0
Bicarbonatos mg/L			67,1	48,8
N- Total Ug/L			295,7	1925,7
P-Total Ug/L			268,6	238,2
Boro mg/L	0,75		3,2	4,0
Cobre mg/L	0,20		0 <LD	0 <LD
Litio mg/L	2,50		7,3	7,8
Plomo mg/L	5,00		0 <LD	0 <LD
Arsénico	0,10 mg/L		0 <LD	0 <LD

- “Geoquímica de aguas en cuencas cerradas: I, II y III regiones – Chile”. Salar de Ascotán, François Risacher y col. (1999).

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En el año 1999 fue llevado a cabo un extenso estudio donde se levantó información fisicoquímica de aguas provenientes de cuencas cerradas, entre las cuales fue caracterizado el Salar de Ascotán. En consecuencia se realizará una comparación entre un punto cercano al estudiado, para determinar el nivel de variación de los parámetros en el transcurso de 20 años.

Tabla 9. Comparación resultados de este trabajo, con estudio Risacher y col. (1999)

Parámetro	Risacher (1994)	Inicio vertiente (P1)	Final vertiente (P5)
pH	7,6	8,2	8,9
CE dS/m	12,5	3,5	3,4
Salinidad NaCl g/L		1,5	1,3
STD ppm	7508	1513	1710
T°C	10	15,6	18,3
Ca mg/L	606	127,4	96,8
Mg mg/L	43,0	45,0	42,0
Na mg/L	2040	489,9	545,3
K ⁺ mg/L	153	33,2	37,1
Cloruros mg/L	4330	1650	1600
O.D. mg/L	9,9	11,9	11,7
Alcalinidad total	0,9 meq/L	1,1 mg/L	0,8 mg/L
Carbonatos mg/L	52,8	0	6
Bicarbonatos mg/L	0,48	67,1	48,8
N- Total Ug/L		295,7	1926
P-Total Ug/L		268,6	238,2
Boro mg/L	15,4	3,2	4,0
Cobre mg/L		0 <LD	0 <LD
Litio mg/L	6,20	7,3	7,8
Plomo mg/L		0 <LD	0 <LD
Arsénico	0,97 mg/L	0 <LD	0 <LD

*Concentraciones en el agua: 1 mg/L = 1,000 µg/L; 1 mg/L = 1 ppm; 1 µg/L = 1 ppb

Se presentan diferencias considerables en las concentraciones de iones, tanto cationes como aniones, conllevando a variaciones en la conductividad eléctrica y sólidos totales. Esto se debe a que esta muestra de agua proviene de una vertiente ubicada al borde del salar, la cual posee un flujo de agua mucho mayor en comparación a las muestras analizadas, provocando que exista una mayor presencia de sales en solución.

Además se observa diferencias en los niveles de carbonatos y bicarbonatos, lo cual es consecuencia de la misma situación anterior. Al existir un flujo de agua mayor no se genera la transformación de carbonato a bicarbonato, la cual es generada por evaporación en los sistemas acuáticos.

Finalmente, se observa diferencias considerables en los niveles de boro y arsénico determinados en ambos estudios. Esto se debe a que los estudios realizados por Risacher fueron llevados a cabo en un periodo de pre-lluvias, en el mes de octubre, a diferencia del presente estudio donde las muestras fueron recopiladas en mayo. Recordando que el invierno boliviano se hace presente desde diciembre a marzo, caracterizado por intensas lluvias, influyendo de manera importante en el nivel de sales y metales presentes en las aguas.

3.5.2 Sedimentos

- **Canadian Environmental Quality Guidelines (Sediment Quality Guidelines for the Protection of Aquatic Life).**

Chile no posee normativa para evaluar la calidad de los sedimentos, por lo tanto se recurrió a la norma canadiense de sedimentos para la protección de vida acuática, la cual data del año 1998, siendo posible sólo identificar algunos metales estudiados. Cabe destacar que la comparación fue realizada con los valores de sedimentos en contacto con agua dulce, en lugar de agua marina, debido a los iones predominantes en la solución:

En relación a la comparación realizada con la normativa de calidad canadiense (Tabla 10), es correcto indicar que sólo el cobre presenta valores sobre el límite de detección determinado para dicho elemento. Se aprecia una superación de acuerdo al valor tipo ISQG para en el punto final de la vertiente, sobrepasando el límite en un 7%.

A raíz de los bajos índices de metales registrados en los sedimentos, es posible inferir que el sedimento no presenta grandes niveles de minerales, siendo posiblemente predominante la presencia de estos en la costra salina ubicada en la superficie del salar. No obstante ya que el análisis de las costras salinas esta fuera de los alcances de este estudio, no es una situación posible de afirmar.

Tabla 10. Comparación estudio con Canadian Environmental Quality Guidelines

Fracción seudo-total sedimentos				
Parámetro	Concentration (µg/kg dry weight)	Concentration (µg/kg dry weight)	Inicio vertiente (P 1) (µg/kg)	Final vertiente (P 5) (µg/kg)
	ISQG ⁹	PEL ¹⁰		
Arsénico	5.900	17.000	0 < LD	0 < LD
Cobre	35.700	197.000	16962	38355
Plomo	35.000	91.300	0 < LD	0 < LD

*Concentraciones en el suelo: 1 mg/kg = 1 ppm; 1 µg/kg = 1 ppb

⁹ Interim Sediment Quality Guideline (Guía provisional de calidad de sedimentos)

¹⁰ Probable Effect Level (Nivel de efecto probable)

IV. CONCLUSIONES

- Los resultados vinculados a los parámetros fisicoquímicos estudiados en las aguas, presentan relación con las condiciones climáticas, las que influyen directamente en el volumen de agua presente en el área de estudio. Para el caso de la conductividad eléctrica y salinidad, los valores obtenidos son mayores cuando se analizan muestras provenientes de un flujo de agua superior (inicio de la vertiente). Mientras que para un menor flujo de agua (final de la vertiente), se observó un incremento en la temperatura, pH, y STD, debido a la evaporación experimentada en la vertiente.
- Las concentraciones de iones, Ca^{+2} , Mg^{+2} , SO_4^{-2} , Cl^- , Na^+ y K^+ , determinadas en ambos puntos de análisis cumplen con la vía evolutivas descritas para el Salar de Ascotán en estudios anteriores.
- El oxígeno disuelto y P-total en las aguas mostraron concentraciones similares, con diferencias que no superan el 10% entre ambos puntos. No obstante se identificó una mayor cantidad de N-total al final de la vertiente, aproximadamente un 80% más, lo cual puede estar relacionado al menor volumen y movimiento de las aguas en este punto.
- Del análisis de metales, no metales y metaloides en aguas y sedimentos, fue posible identificar sólo a tres elementos (B, Cu, Li) de los cinco estudiados (B, Cu, Li, Pb, As). Lo cual es atribuido al contexto del sector estudiado, asociando boro y litios a los salares, costras y salmueras específicamente, y en el caso del cobre a la explotación minera propia de la región.

En base a los resultados obtenidos de los análisis, y en comparación con estudios anteriores, así como a la normativa vinculante, es posible inferir que el clima, la geología y época del año son factores relevantes en las características fisicoquímicas, tanto de las aguas como del sedimento. No así para la determinación de los metales, no metales y metaloides, donde las concentraciones obtenidas para algunos elementos, (principalmente boro), son menor a lo esperado, haciendo suponer que se encuentran mayoritariamente en las costras salinas.

V. REFERENCIAS

- **AHUMADA M., AGUIRRE F., CONTRERAS M. Y FIGUEROA A., 2011.** "Guía para la conservación y seguimiento ambiental de humedales andinos", División de Recursos Naturales y Biodiversidad del Ministerio de Medio Ambiente. 8-15; 46 pp.
- **ALMEIDA, M., DE ARMAS, Y., ROJAS, L. 2008.** "Caracterización química de los sedimentos sumergidos, elemento clave dentro de un programa de monitoreo ambiental integral en las playas de la bahía de matanzas". Oficina de Manejo Costero - Playa de Varadero.
- **ALONSO, R. 1991.** Evaporitas neógenas de los Andes Centrales. En: J. J. Pueyo (ed.), Génesis de formaciones evaporíticas: Modelos andinos e ibéricos, Universidad de Barcelona, 267-329 pp.
- **BAUTISTA, F., 1999.** "Introducción al Estudio de la Contaminación del Suelo por Metales Pesados". Ediciones de la Universidad Autónoma de Yucatán, México. 20-70 pp.
- **BOUDO A. Y RIVEYRE, F., 1989.** "Fundamental concepts in aquatic ecotoxicology. En: Aquatic ecotoxicology: fundamental concept and methodologies. Boudo A. y F. Riveyre (eds.) CRC Press. Boca Raron, Florida. 35-77pp.
- **BORNEMISZA, E. 1982.** "Introducción a la Química de Suelos", Secretaria General OEA, Prog. Reg. Desarrollo Científico y Tecnológico 25: 37-54 pp.
- **BRAUN-BALNQUET, 1979.** "Fitosociología. Bases para el estudio de la vegetación". Editorial Omega. España. 820 pp.
- **CARBONELL, A., BURLÓ, F., Y MATAIX, J., 1995.** "Arsénico en el sistema suelo-planta. Significado ambiental". Universidad de Alicante. España. 6-113 pp.
- **CAMPOS, I. 2000.** "Saneamiento Ambiental". Editorial Universidad Estatal a la Distancia (EUNED), 3° ed., San José, Costa Rica. 48-53 pp.
- **CARIDE DE LIÑÁN, C. Y LLORENTE, E. 1992.** "Minas y Minerales de Iberoamérica". Instituto Tecnológico Geominero de España. España. 260 pp.
- **CARRIZO, 1977.** "Metodología para el monitoreo de agua y sedimento en cursos superficiales y suelos afectados por procesos contaminantes de origen industrial", Ricardo Carrizo, Ministerio de desarrollo social y medio ambiente, Argentina.
- **CEC. 2015.** Centro de Computación (CEC), Universidad de Chile. Acceso en 15 de marzo de 2015 de: <http://www.cec.uchile.cl/~vmaksaev/NITRATOS%20Y%20SALARES.pdf>
- **CHONG, G., PUEYO, J., DEMERGASSO, C. 2000.** "Los yacimientos de boratos de Chile". *Revista geológica de Chile*, 27(1), 99-119.
- **CHRISTEN, H. 1986.** "Fundamentos de la química general e inorgánica, Volumen 1". Editorial Reverté, Edición Español. España. 755 pp.
- **CIREN, 2015.** "Características estructurales y funcionales de los humedales altoandinos", Martínez, G. Biblioteca digital CEDOC-CIREN. Acceso 12 de octubre de 2015 de: <http://bibliotecadigital.ciren.cl/handle/123456789/7150>

REFERENCIAS

- **CORTÉS, I., MONTALVO, S. 2010.** "Aguas: Calidad y Contaminación. Un enfoque químico ambiental. Fundación CENMA, Santiago, Chile. Capítulo 2 y 5.
- **CRESPO, P., PALMA, H., QUINTANILLA, J. Y QUISPE, L. 1987.** "Tratamiento químico de salmueras del Salar de Uyuni Potosí". Convenio UMSA-ORSTOM. Instituto de investigaciones químicas –FCPN. Informe N° 7. 1-10 pp.
- **CREUS, A. 2011.** "Instrumentación Industrial". Ediciones Técnicas Marcombo, 8° ed., España, Acápite 7.1.7.
- **COKER E. G. Y MATTHEWS P. J. 1983.** "Metals in sewage sludge and their potential effects in agricultura". *Water Science and Technology*, 15(1): 209-225.
- **DGA, 2005.** "Hidrogeología de la II Región y asesoría para la revisión de informes de estudios de evaluación de recursos hídricos" Dirección General de Aguas. 27 – 49 pp.
- **EPA, 2007.** United States Environmental Protection Agency [EPA], Method 3051a, Microwave Assisted Acid Digestion Of Sediments, Sludges, Soils, And Oils. Pp 1-19.
- **EPA, 2015.** United States Environmental Protection Agency [EPA], Water: Contaminated Sediments. Acceso el 28 de junio de 2015 de: <https://www3.epa.gov/>
- **FERNÁNDEZ, A. 2001.** "Especiación química y física de metales en la materia particulada atmosférica: aplicación al estudio de la contaminación ambiental de la ciudad de Sevilla". Universidad de Sevilla Fundación Focus-Abengoa. Sevilla. España. 72 pp.
- **GARCÉS, I., LÓPEZ, P., AUQUÉ, L., CHONG, G., VALLES, V., Y GIMENO, M. 1996.** "Características geoquímicas generales del sistema salino del Salar de Llamara (Chile)". *Estudios Geológicos*, 52(1-2): 23-35.
- **GONZÁLEZ, G. 2011.** "Estudio del efecto de los embalses sobre la distribución de metales pesados en sedimentos", Seminario de Título Universidad de Chile.
- **HUETTEL M., AND WEBSTER I.T., 2001.** The benthic boundary layer transport processes and biogeochemistryll, Oxford University Press. Vol 144. Capítulos 2, 4, 5 y 7.
- **IEC. 2016.** Instituto Europeo del Cobre (IEC). Propiedades químicas. Acceso 26 de enero de 2016, de: <http://www.copperalliance.es/el-cobre/propiedades/propiedades-qu%C3%ADmicas>
- **KELLER, B. Y SOTO, D. 1998.** "Hydrogeologic influences on the preservation of *Orestias ascotanensis* (Teleostei: Cyprinodontidae), in Salar de Ascotán, northern Chile". *Revista Chilena de Historia Natural* 71: 147-156.
- **LARIOS, R., FERNÁNDEZ, R., RUCANDIO, M. I. 2011.** "Movilidad y Disponibilidad de Arsénico en Sedimentos Mediante la Aplicación del Método de Extracciones Secuenciales BCR". Editorial Ciemat. Informes Técnicos N° 1225. Febrero.
- **LÓPEZ, P.L., MANDADO, M. 2002.** "Extracciones químicas secuenciales de metales pesados. Aplicación en ciencias geológicas", *Estudios Geológicos*, 58; 133-144.

REFERENCIAS

- **MARTÍNEZ-TABCHE L, GÓMEZ-OLIVÁN L, MARTÍNEZ M., 2000.** "Toxicity of nickel in artificial sediment on acetylcholinesterase activity and hemoglobin concentration of the aquatic flea, moina macrocopa. *journal of environmental hydrology*" 8(4):1-10; cuantificación de metales pesados (cadmio, cromo, níquel y plomo) en agua superficial, sedimentos y organismos (*Crassostrea columbiensis*) ostión de mangle en el puente Portete del estero Salado (Guayaquil) Guayaquil-Ecuador 2012.
- **MINERIA CHILENA, 2014.** Minería chilena. Acceso 13 de diciembre de 2015, de: <http://www.mch.cl/2014/05/02/las-mineras-del-norte-de-chile-enfrentan-el-desafio-del-arsenico/>
- **MEJÍAS, J., JEREZ, J., 2006.** "Guía para la toma de muestras de residuos de plaguicidas Agua, Sedimento y Suelo". Gobierno de Chile, Ministerio de Agricultura, Servicio Agrícola y Ganadero. Instituto de Investigaciones Agropecuarias. 26-30 pp.
- **MORENO, M., 2003.** "Toxicología Ambiental: Evaluación de riesgos para la salud humana", Mc Graw-Hill/Interamericana de España. Madrid-España. Pp. 75.
- **MORESCO, H., DOL, I., 1996.**"Metales en sedimentos de la Bahía de Montevideo", *Revista Asociación de Ciencias Naturales del Litoral* 27 (1): 1-5.
- **NORDBERG, G. 2016.** "Metales: Propiedades Químicas y Toxicidad". Acápite: Plomo. Recuperado el 20 de enero de 2016, de: <http://www.insht.es/InshtWeb/Contenidos/Documentacion/TextosOnline/EnciclopediaOIT/tomo2/63.pdf>
- **OCHSENIUS 1986; MESSERLI ET AL. 1993.** "La glaciación Puna durante el Wisconsin, deglaciación y máximo lacustre en la transición Wisconsin-Holoceno y refugios de megafauna postglaciales en la puna y desierto de Atacama". *Revista de Geografía Norte Grande* 13:29-58.
- **PNUMA, 1980.** Programa de las Naciones Unidas para el Medio Ambiente. "El Estado del Medio Ambiente"
- **RISACHER, F., ALONSO, H., SALAZAR, C. 1999** "Geoquímica de Aguas en cuencas cerradas: I, II y III Región- Chile. Volumen III Estudios de cuencas de la II región". S.I.T. N° 51. Volumen III. Pp. 18 - 36.
- **RISACHER F. 1989.** "Estudio Económico del Salar de Uyuni". ORSTOM. Informe N° 17.
- **ROBINA L., FORMOSO M., PIRES C., 2002.** Metais pesados nos sedimentos de corrente, como indicadores de risco ambiental-vale do rio dos sinos, RS. *Revista do Instituto Geológico*, São Paulo, Vol. 23 (2), pp 35-38.
- **ROSAS, H. 2001.** "Estudio de la contaminación por metales pesados en la cuenca del LlobregatII". Tesis Doctoral, Universidad Politécnica de Catalunya. España. Pp. 12 - 20
- **SADZAWKA A. 1990.** "Métodos de Análisis de Suelos". INIA, Estación experimental La Platina. Santiago. Chile. 1990. Pp 15-20; 105-106.

REFERENCIAS

- **SADZAWKA A. 2006.** "Métodos de Análisis de Aguas para riego 2006". Instituto de Investigaciones Agropecuarias. INIA, Centro Regional de Investigaciones La Platina. Santiago. Chile.
- **SAG, 2015.** "Criterios de calidad de suelos y de aguas o efluentes tratados para uso en riego". Archivos Servicio Agrícola Ganadero (SAG). Capítulo 6 y 7.
- **SEA, 2004.** Servicio de Evaluación Ambiental (SEA). Declaración de Impacto Ambiental proyecto "Planta de fertilizantes boratados", 2004.
- **SERNAGEOMIN, 2014.** "Potencial de Litio en salares del Norte de Chile". Gajardo A. Acceso: 12 de diciembre de 2015, de [http://www.sernageomin.cl/pdf/presentaciones-geo/Potencial-de-Litio-en-Salares-de-Chile\(AnibalGajardo\).pdf](http://www.sernageomin.cl/pdf/presentaciones-geo/Potencial-de-Litio-en-Salares-de-Chile(AnibalGajardo).pdf).
- **SERNAGEOMIN.2015.** "Presentaciones: Chile país minero, además de cobre". Recuperado el 13 de diciembre de 2015, de: <http://www.sernageomin.cl/pdf/presentaciones-geo/CHILE-PAIS-MINERO-ADEMAS-DE-COBRE.pdf>
- **SIGG ET AL., 1987, SINGH ET AL., 1999, ALMEIDA Y COL., 2008.** "Caracterización química de los sedimentos sumergidos, elemento clave dentro de un programa de monitoreo ambiental integral en las playas de la bahía de matanzas" Oficina de Manejo Costero - Playa de Varadero. 2008.
- **SIMPSON, S., BATLEY, G., CHARITON, A., STAUBER, J., KING, C., CHAPMAN, J., HYNE, R., GALE, S., ROACH, A., MAHER, W. 2005.** "Handbook for Sediment Quality Assessment". Centre for Environmental Contaminants Research, CSIRO Energy Technology, Bangor, NSW. Centre for Ecotoxicology NSW Department of Environment and Conservation, Lidcombe, NSW. Science and Design, University of Canberra, Belconnne, ACT.
- **TEILLIER, S. Y BECERRA, P. 2003.** "Flora y vegetación del Salar de Ascotán, Andes del norte de Chile". *Gayana. Botánica*, 60(2), 114-122.
- **TESSIER, A. Y CAMPBELL P. 1988.**"Partitioning of trace metals in sediments". En: J. Kramer & H. Allen (eds.). *Metal speciations: theory, analysis and application*. Lewis Publishers, Chelsea, pp.183-199.
- **TESSIER, A., CAMPBELL, P., BISSON, M. 1979.** "Sequential Extraction Procedure for the Speciation of Particulate Trace Metals" Université du Québec, Canada. *Analytical Chemistry*. Vol. 51.
- **UBILLUS, J. 2003.** "Estudio sobre la presencia del plomo en el medio ambiente de Talara en el año 2003. Tesis digitales UNMSM.
- **VAN HERREWEGHE S, SWENNEN R, VANDECASTEELE C, CAPPUYNS V. 2003.** *Environ Pollut* 122: 323-342.
- **VILA I., 1975.** "Geología de los depósitos salinos andinos, provincia de Antofagasta, Chile". *Revista de Geología de Chile* 2: 41-55.
- **WOOD J. M., 1989.** "Transport, bioaccumulation and toxicity of elements in microorganisms under environmental stress". In *Proc int Conf Heavy Metals in Environment*, Geneve. Edingurgh, UK 1-12 p.

REFERENCIAS

- **ZAGAL, E. y SADZAWKA, A. 2007.** Protocolo de métodos de análisis para suelos y lodos Universidad de Concepción Facultad de Agronomía Chillán. Elaborado con la participación de la Comisión de Normalización y Acreditación de la Sociedad Chilena de la Ciencia del Suelo por encargo del Servicio Agrícola y Ganadero. Pp 16-19; 39-54.

VI. ANEXOS

6.1 Ecuaciones

- **Ecuación 1. Desviación Estándar**

$$SD = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{N - 1}}$$

Donde

X_i es el valor de la muestra i

\bar{X} es la media aritmética de los datos

N es el número de datos

- **Ecuación 2. Coeficiente de variación**

$$C.V. (\%) = \frac{D.S}{\bar{X}} \cdot 100$$

Donde,

D.S. es la desviación estándar

\bar{X} Promedio aritmético

- **Ecuación 3. Porcentaje de humedad**

$$Humedad (\%) = \frac{a - b}{b - c} \cdot 100$$

Donde,

a masa en g del suelo seco al aire + recipiente

b masa en g del suelo seco a 105°C + recipiente

c masa en g del recipiente

- **Ecuación 4. Factor de humedad**

$$fh = \frac{100 + humedad (\%)}{100}$$

Donde,

Humedad (%) porcentaje de humedad

- **Ecuación 5. Carbono orgánico**

$$C(\%) = \frac{V_1 - V_2 \cdot M \cdot 0,39 \cdot fh}{S}$$

Donde,

V_1 mL de solución de sulfato de hierro II gastados en el blanco
 V_2 mL de solución de sulfato de hierro II
 M molaridad de la solución de hierro II
 $0,39 \times 3 \times 100 \times 1,3/1000$ (3= peso equivalente del carbono)
 S peso en g de la muestra de suelo seca al aire
 fh factor de humedad

- **Ecuación 6. Fósforo disponible**

$$P(mg/Kg) = (a - b) \cdot 20 \cdot fh$$

Donde,

a mg/L de P en el extracto de la muestra
 b mg/L de P en el blanco
 20 relación líquido: suelo
 fh factor de corrección por humedad

- **Ecuación 7. Determinación de Boro**

$$B(mg/Kg) = (a - b) \cdot 3$$

Donde,

a mg/L de B en el extracto
 b mg/L de B en el blanco

- **Ecuación 8. Límite de detección**

$$LD = \frac{Y_{bl} + 3S_{bl}}{b}$$

Donde,

Y_{bl} es la Absorbancia o Emisión del blanco
 S_{bl} Desviación Estándar de la Absorbancia o Emisión blanco
 b pendiente Concentración v/s Absorbancia o Emisión (Curva Calibración)

- **Ecuación 9. Límite de cuantificación**

$$LC = \frac{Y_{bl} + 10S_{bl}}{b}$$

Donde,

Y_{bl} Absorbancia o Emisión del blanco
 S_{bl} Desviación Estándar de la Absorbancia o Emisión blanco
 b pendiente Concentración v/s Absorbancia o Emisión (Curva de Calibración)

- **Ecuación 10. Factor de estandarización tiosulfato de sodio**

$$Na_2S_2O_3 \text{ Factor estandarización} = \frac{20}{mL \text{ tiosulfato de sodio}}$$

- **Ecuación 11. Oxígeno disuelto.**

$$\text{Oxígeno disuelto (ppm)} = \frac{200}{V_m} \cdot \frac{\text{Factor estandarización}}{\text{Factor estandarización}} \cdot V_t$$

Donde,

V_m es el volumen de la muestra utilizada
 V_t es el volumen de tiosulfato utilizado.

- **Ecuación 12. Alcalinidad de fenolftaleína**

$$A.F. = (OH^-) + \left(\frac{1}{2} \cdot CO_3^{2-}\right) \text{ en mM/L}$$

$$A.F. = Ca \cdot \left(\frac{V_{8,3}}{V_s}\right)$$

Donde,

Ca es la concentración de ácido $mM \text{ l}^{-1}$
 $V_{8,3}$ es el volumen de ácido usado para titular a pH 8,3 (mL)
 V_s es el volumen de muestra (mL)

- **Ecuación 13. Alcalinidad total**

$$A.T. = (OH^-) + (1 - 2 \cdot CO_3^{2-}) + (HCO_3^-)$$

$$A.T. = Ca \cdot \left(\frac{V_{4,6}}{V_s}\right)$$

Donde,

$V_{4,6}$ es el volumen total de ácido usado para titular hasta el segundo punto final (pH 4–6) mL

- **Ecuación 14. Alcalinidad Bicarbonato**

$$A. \text{ Bicarbonato} = (HCO_3^-) mM/L$$

$$A. \text{ Bicarbonato} = A.T. - A.F. = Ca \cdot \frac{(V_{8,3} \cdot V_{4,6})}{V_s}$$

- **Ecuación 15. Alcalinidad de carbonato**

$$A. Carbonato = \left(\frac{1}{2}CO_3^{-2}\right) + (HCO_3^-)$$

$$A. Carbonato = A.T. - 0,01 \beta$$

Donde,

β es el factor con las unidades de concentración, dependiendo primariamente de (OH-) y en menor extensión de la fuerza iónica estimada de la conductividad.

- **Ecuación 16. Factor β**

$$\beta = 0,7 \text{ antilog} \cdot 10 \cdot (pH - 9)$$

- **Ecuación 17. Concentración de Cloruros**

$$Cl^- = \frac{(a - b) \cdot M \cdot 35.450}{A}$$

Donde,

a es el volumen en mL, de AgNO₃ gastado para titular la muestra

b es el volumen en mL de AgNO₃ gastado en titular el blanco

M corresponde a la concentración de, en M, de la solución estándar de AgNO₃

A es la alícuota, en mL, de la muestra.

6.2 Caracterización de sedimentos y aguas

- **Parámetros *in situ* determinados en aguas.**

Tabla 11. Parámetros registrados *in situ* en Salar Ascotán

Punto	T [°C]	pH	Ce [μ S/cm]	Salinidad [NaCl g/L]	STD [ppm]
P1	15,7	8,20	3,540	1,462	1513
P1*	15,5	-----	-----	1,484	-----
P5	19,1	8,9	3,440	1,280	1710
P5*	17,4	-----	-----	1,310	-----

P1*, P5*: Corresponden a réplicas.

Tabla 12. Resumen parámetros *in situ* en Salar Ascotán

Punto	T [°C]	C.V	pH	CE [μ S/cm]	Salinidad [NaCl g/L]	C.V.	STD [ppm]
Punto 1	15,6	5,6	8,20	3,540	1,473	1,1	1513
Punto 5	18,25	6,5	8,90	3,440	1,295	1,6	1710

- **Parámetros determinados laboratorio en aguas.**

Tabla 13. Iones y sales determinados en laboratorio.

Punto	Ca ⁺² (mg/L)	Mg ⁺² (mg/L)	Na ⁺ (mg/L)		K ⁺ (mg/L)	Cloruros(mg/L)
P1	127,41	44,74	489,93		32,35	1699,95
P1*	127,41	45,24	489,93		34,00	1599,96
P5	96,02	42,5	543,17		36,61	1599,96
P5*	97,51	41,58	547,48		37,53	1599,96
Punto	O.D	Alcalinidad total	Carbonatos	Bicarbonatos	N - Total	P - Total
P1	11,71	1,10	0,00	67,10	297,33	271,08
P1*	12,1	1,10	0,00	67,10	293,97	266,11
P5	11,71	0,80	6,00	48,80	1967,33	236,22
P5*	11,71	0,80	6,00	48,80	1884	240,19

Tabla 14. Resumen parámetros determinados en laboratorio en aguas

Cationes								
Punto	Ca ⁺² (mg/L)	C.V. (%)	Mg ⁺² (mg/L)	C.V. (%)	Na ⁺ (mg/L)	C.V. (%)	K ⁺ (mg/L)	C.V. (%)
P1	127,41	0	44,99	0,7	489,93	0	33,18	4,2
P5	96,77	1,0	42,04	1,5	545,33	0,5	37,07	0
Aniones								
Punto		Cl ⁻ (mg/L)			C.V. (%)			
Punto 1		1649,95			4,2			
Punto5		1599,96			0			
Alcalinidad								
Punto	Alcalinidad total (mg/L)	C.V. (%)	Carbonatos (mg/L)	C.V. (%)	Bicarbonatos (mg/L)	C.V. (%)		
Punto 1	1,10	0	0	0	67,1	0		
Punto5	0,8	0	6,0	0	48,8	0		

- **pH y conductividad eléctrica en laboratorio a 20,4°C**

Tabla 15. Valores obtenidos en laboratorio para determinar pH y Ce

Muestra	Masa sedimento [g]	pH	Conductividad eléctrica [dS/cm]
P1 A	10,0003	7,63	3,33
P1 B	10,0000	7,64	3,28
P1* A	10,0002	7,58	3,66
P1* B	10,0007	7,57	3,55
P5 A	10,0000	8,15	1,64
P5 B	10,0000	8,16	1,94

P5* A	10,0005	8,17	1,93
P5* B	10,0000	8,16	1,96
Blanco	-----	6,28	0,23

Tabla 16. Resumen pH y conductividad eléctrica en sedimento.

Muestra	pH	C.V. (%) pH	Ce [mS]	C.V. (%) Ce
Punto 1	7,61	0,56	3,46	6,13
Punto 5	8,17	0,09	1,87	6,05

- **Pérdida de peso a 105°C**

Tabla 17. Valores medidos experimentalmente para determinar fh

Muestra	Masa sedimento [g]	Masa recipiente [g]	Masa (sedimento + recipiente) [g]	Masa (sedimento + recipiente) [g] a 105°C
P1	5,0085	9,7414	14,7499	14,5336
P1*	5,0039	9,7135	14,7174	14,4984
P5	5,0066	8,7491	13,7557	13,6965
P5*	5,0085	8,8695	13,8780	13,8093

A modo de ejemplo se señala el cálculo de fh para la muestra P1. Primero se aplica la Ec. 3 para obtener el porcentaje de humedad

$$\text{Humedad (\%)} = \frac{14,7499 - 14,5336}{14,5336 - 5,0085} \cdot 100$$

$$\text{Humedad (\%)} = 2,271$$

Luego con la Ec. 4 se obtiene el factor de humedad

$$fh = \frac{100 + \text{humedad (\%)}}{100}$$

$$fh = \frac{100 + 2,271}{100}$$

$$fh = 1,023$$

Tabla 18. fh calculados para las distintos puntos de muestreo

Muestra	P1	P1*	P5	P5*
Humedad (%)	2,271	2,307	0,706	0,781
fh	1,023	1,023	1,007	1,008

- **Determinación Carbono Orgánico**

Tabla 19. Masa de las distintas muestras de sedimento a titular

Muestra	Masa sedimento [g]
P1 A	0,5009
P1 B	0,5006
P1* A	0,5005
P1* B	0,5010
P5 A	0,5009
P5 B	0,5010
P5* A	0,5013
P5* B	0,5004

Tabla 20. Valores determinados en la titulación para Blanco y Muestras P1

Blanco (20 mL $K_2Cr_2O_7$)		Muestra P1 A		Muestra P1 B	
mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV
0	967	0	929	0	939
1	991	0,4	957	0,4	980
2	972	0,81	975	0,8	985
3,01	993	1,20	981	1,2	988
4	1005	1,61	984	1,61	988
5	1015	2,01	986	2,01	992
6,01	1018	2,45	986	2,41	994
7,08	1018	2,81	971	2,83	993
8,02	1020	3,20	988	3,21	986
9,01	1025	3,60	990	3,60	969
10,01	1035	4,01	993	4,00	997
11,04	1029	4,41	994	4,40	995
12,00	1033	4,84	997	4,81	989
13,04	1033	5,23	977	5,24	1005
14,02	1036	5,61	990	5,60	1008
15,00	1040	6,01	994	6,01	940
16,01	1042	6,40	950	6,40	990
17,01	1043	6,81	982	6,81	976
18,00	1043	7,20	990	7,21	993
19,02	526,6	7,61	993	7,60	941
20,01	455,0	8,01	992	8,00	943
21,04	434,5	8,43	978	8,40	914
22,04	425,9	8,61	945	8,60	482,5
23,01	418,7	8,80	484,0	8,81	458,6
23,56	414,8	9,01	457,3	9,00	447,8
24,02	412,1	9,25	444,0	9,20	439,7

Blanco (20 mL $K_2Cr_2O_7$)		Muestra P1 A		Muestra P1 B	
mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV
24,50	409,5	9,41	437,5	9,41	433,2
25,01	407,0	9,62	430,6	9,60	428,6
25,50	404,9	9,82	425,9	9,83	423,3
26,00	402,8	10,00	422,4	10,02	420,3
26,53	400,9	10,22	418,5	10,20	417,4
27,02	399,2	10,40	415,5	10,40	414,5
27,50	397,7	10,62	412,7	10,60	412,1
		10,82	410,4	10,82	409,8
		11,01	408,1	11,00	407,8
		11,20	406,2	11,21	405,8
		10,40	404,3	11,45	403,6

Ejemplo cálculo de carbono orgánico muestra P1A.

a) Gráficos Blanco con 20mL de dicromato de potasio

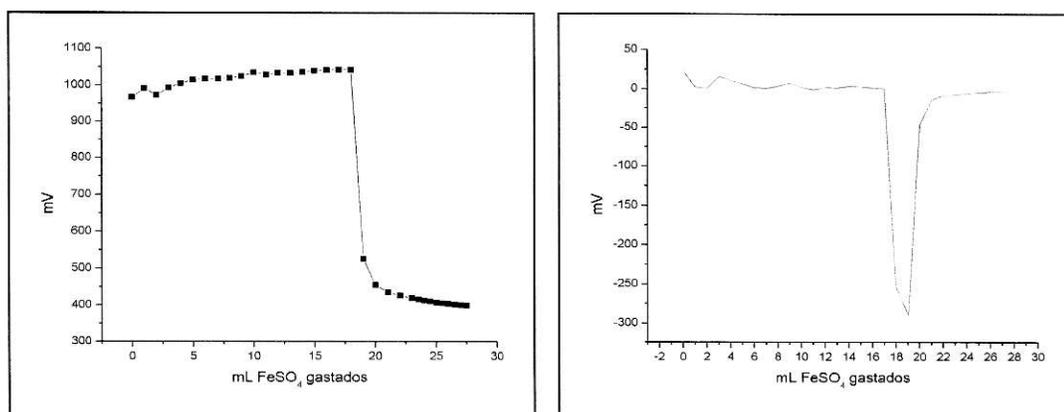


Figura 38. Voltajes detectados en la titulación del blanco y. Primera derivada

b) Gráficos para muestra P1 A

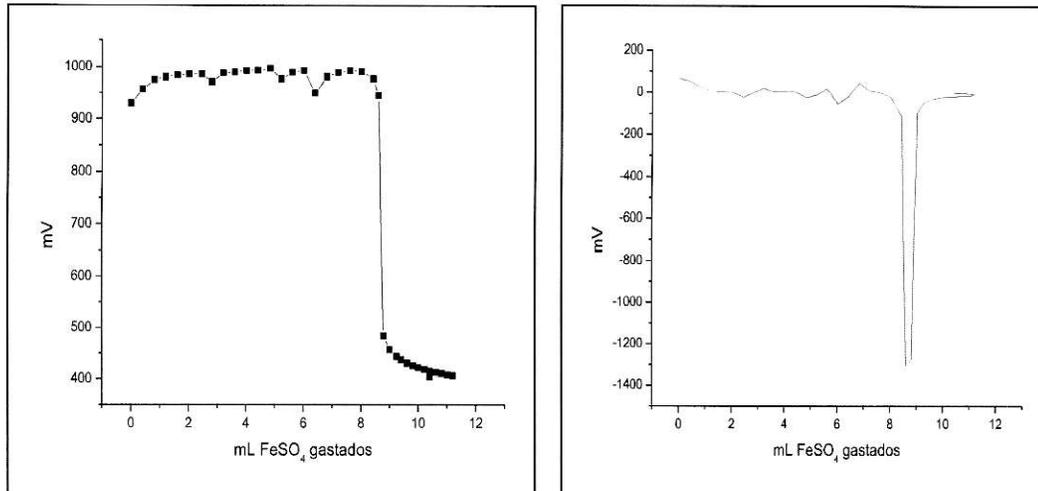


Figura 39. Voltajes detectados en la titulación de P1 A y Primera derivada

Con respecto a las curvas señaladas anteriormente se puede mencionar que la de la izquierda corresponde a los valores obtenidos de forma empírica al realizar la titulación del sedimento. Con dicha gráfica se obtiene la segunda (derecha) por medio de la aplicación de la primera derivada, determinando así el volumen donde se realiza el viraje en la muestra.

$$C(\%) = \frac{19,02 - 8,61 \cdot 1M \cdot 0,39 \cdot 1,023}{0,5009}$$

$$C(\%) = 8,2916$$

Tabla 21. Valores determinados en la titulación Muestras P1*A y P1*B

Muestra P1* A		Muestra P1* B	
mL FeSO ₄ gastados	mV	mL FeSO ₄ gastados	mV
0,0	963	0,0	931
0,4	978	0,41	951
0,82	982	0,82	959
1,21	986	1,22	968
1,63	989	1,60	976
2,01	989	2,02	979
2,42	990	2,42	982
2,82	991	2,80	984
3,23	988	3,20	990
3,60	993	3,61	985
4,02	995	4,00	987
4,44	995	4,44	936
4,81	997	4,84	965

5,23	999	5,20	975
5,63	999	5,81	979
6,01	1002	6,23	905
6,40	1001	6,60	940
6,80	1004	7,02	943
7,22	1005	7,45	892
7,62	1001	7,82	455,6
8,00	985	8,20	435,3
8,42	488,9	8,60	422,9
8,80	448,4	9,01	415,3
9,22	431,7	9,43	409,2
9,61	422,1	9,83	404,5
10,01	415,1	10,20	401,0
10,41	409,9	10,63	397,6
10,82	405,6	11,03	394,6
11,24	401,8	11,42	391,9
11,67	398,5	11,84	389,5
12,03	396,1		
12,42	393,6		
12,82	391,1		
13,24	388,8		

Tabla 22. Valores determinados en la titulación con sulfato ferroso para sedimentos P5.

Blanco (10 mL $K_2Cr_2O_7$)		Muestra P5 A		Muestra P5 B	
mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV	mL $FeSO_4$ gastados	mV
0,00	939	0,00	930	0,0	925
1,00	955	0,35	928	0,5	949
2,01	963	0,55	954	1,0	951
3,06	966	1,02	909	1,51	960
4,01	966	1,50	925	2,03	967
5,00	969	2,01	883	2,51	975
6,00	972	2,53	936	3,0	971
7,05	971	3,02	940	3,52	979
8,06	870	3,52	946	4,01	979
9,02	926	4,00	963	4,51	979
10,00	465,0	4,53	932	5,0	973
10,50	445,6	5,02	941	5,51	983
11,01	435,0	5,52	924	6,02	913
11,51	427,1	6,01	935	6,51	964
12,02	421,1	6,51	556,2	7,01	958

12,51	415,5	7,01	460,0	7,53	964
13,02	411,2	7,51	440,0	8,00	477,1
13,53	407,6	8,02	427,7	8,52	443,9
14,07	404,3	8,51	418,3	9,00	429,0
14,51	401,8	9,01	411,8	9,54	421,1
15,00	399,1	9,52	406,5	10,00	413,5
		10,01	402,3	10,51	408,2
		10,50	398,5	11,0	403,4
		11,01	394,7	12,01	300,7
		11,52	391,9	12,50	396,3
				13,04	393,2

Tabla 23. Valores determinados en la titulación con sulfato ferroso para sedimentos P5*

Muestra P5* A		Muestra P5 * B	
mL FeSO ₄ gastados	mV	mL FeSO ₄ gastados	mV
0	937	0	935
0,51	966	0,51	955
1,01	969	1,03	965
1,50	972	1,54	972
2,01	974	2,0	977
2,52	977	2,50	980
3,01	958	3,01	979
3,54	888	3,52	981
4,01	907	4,01	982
4,52	943	4,51	984
5,01	955	5,04	970
5,51	897	5,50	979
6,01	872	6,05	850
6,51	461,7	6,51	458,1
7,00	434,2	7,03	430,0
7,52	421,1	7,54	416,8
8,04	411,3	8,01	408,9
8,52	405,1	8,51	402,5
9,02	399,5	9,01	397,3
9,53	394,9	9,59	392,5
10,01	391,4	10,02	389,7
10,51	387,8	10,50	386,5
11,05	366,4	11,01	383,7

Tabla 24. Datos obtenidos para la determinación de Carbono orgánico.

Muestra	Volumen de viraje [mL]	C (%)
Blanco (con 20 mL K ₂ Cr ₂ O ₇)	19,02	-----
P1 A	8,61	8,2916
P1 B	8,60	8,3046
P1* A	8,42	8,4497
P1* B	7,45	9,2137
Blanco (con 10 mL K ₂ Cr ₂ O ₇)	10,0	-----
P5 A	6,51	2,7390
P5 B	8,0	1,5693
P5* A	6,51	2,7369
P5* B	6,05	3,1032

Tabla 25. Datos calculados para la determinación de Carbono orgánico.¹¹

Punto	C Orgánico	C (%)
Punto 1	8,3739	1,28
Punto 5	2,82952	4,52

- **Determinación de Fósforo disponible**

Tabla 26. Masa de sedimento utilizado en la determinación de P

Muestra	Masa sedimento g
Blanco	-----
P1 A	2,5006
P1 B	2,5007
P1* A	2,5001
P1* B	2,5004
P5 A	2,5023
P5 B	2,5002
P5* A	2,5017
P5* B	2,5006

Para poder determinar la cantidad de Fósforo en las muestras a analizar, se elaboró un Curva de calibración. Las cantidades utilizadas se detallan en la tabla a continuación.

¹¹ Cálculo: Punto 1: P1 A, P1 B y P1*A; Punto 5: P5 A, P5*A, P5*B.

Tabla 27. Absorbancias serie de estándares de P.

Concentración P mg/L	Absorbancia a 880 nm
Blanco	0,0266
0,4	0,1321
0,8	0,2574
1,2	0,4317
1,6	0,5814
2,0	0,7218

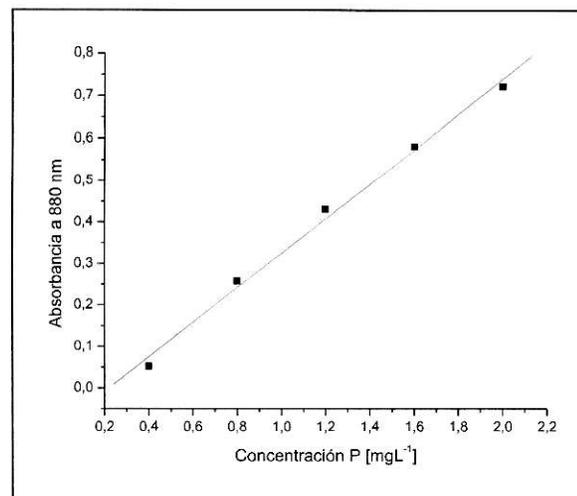


Figura 40. Curva de Calibración P en sedimento

Tabla 28. Parámetros Curva calibración Fósforo.

Parámetro	Valor	Error
Intercepto	0,00133	0,01292
Pendiente	0,37585	0,00974
R	SD	N
0,99899	0,01232	5
		P
		<0.0001

Tabla 29. Concentración de Fósforo (mg/Kg) por punto de muestreo.

Muestra	Absorbancia 880 nm	Concentración P mgL ⁻¹	Concentración P (mg/Kg)	Promedio (mg/Kg)	S.D
Blanco	0,0449	0,1890	-----	-----	-----
P1 A	0,4139	1,1707	20,087	22,710	2,4272
P1 B	0,4354	1,2279	21,257		
P1* A	0,4917	1,3777	24,322		
P1* B	0,5074	1,4195	25,1769		
P5 A	0,1836	0,5580	7,4396	9,8278	2,6320
P5 B	0,1884	0,5708	7,6971		
P5* A	0,2778	0,8086	12,492		
P5* B	0,2627	0,7684	11,682		

6.3 Metales en agua y sedimentos

6.3.1 Determinación de Boro

- Curva de calibración

Tabla 30. Absorbancias serie de estándares B

Muestra [mgL ⁻¹]	Absorbancia a 420nm
Blanco	0,2285
0,5	0,3931
1,0	0,5527
1,5	0,6980
2,0	0,8406
2,5	1,0116

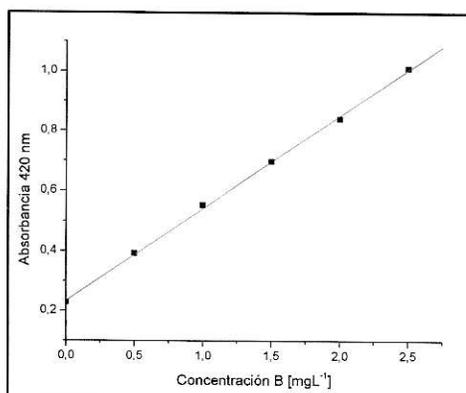


Tabla 31. Parámetros Curva calibración Boro

Parámetro	Valor	Error
Intercepto	0,2348	0,00627
Pendiente	0,3087	0,00414
R	SD	N
0,99964	0,00866	6
	P	
	<0,0001	

Figura 41. Curva de Calibración para Boro

- Determinación Boro en sedimento

Tabla 32. Masa sedimento utilizada para la determinación de B.

Muestra	Masa sedimento [g]	Masa sedimento + 30mL agua
Blanco	-----	102,2
P1 A	10,0003	104,4
P1 B	10,0000	111,9
P1* A	10,0001	104,3
P1* B	10,0001	123,1
P5 A	10,0005	91,1
P5 B	10,0003	93,4
P5* A	10,0004	109,2
P5* B	10,0002	101,6

Tabla 33. Concentración B en mg/L para sedimento.

Muestra	Absorbancia a 420 nm	Factor de dilución	Concentración B [mgL ⁻¹]	Concentración B [mgL ⁻¹] por Factor de dilución
P1 A	0,3828	1 : 10	0,4793	4,793
P1 B	0,3719	1 : 10	0,4440	4,440
P1* A	0,3545	1 : 10	0,3877	3,877
P1* B	0,3571	1 : 10	0,3961	3,961
P5 A	0,3309	1 : 5	0,3112	1,556
P5 B	0,3196	1 : 5	0,2746	1,373
P5* A	0,4132	1 : 5	0,5778	2,889
P5* B	0,4023	1 : 5	0,5425	2,713

Tabla 34. Concentración de B en mg/Kg para sedimento.

Muestra	Concentración B [mg/kg]	Promedio	S.D.
P1 A	14,379	12,80	1,287
P1 B	13,32		
P1* A	11,631		
P1* B	11,883		
P5 A	4,668	6,398	2,482
P5 B	4,119		
P5* A	8,667		
P5* B	8,139		

- **Determinación Boro en Agua**

Tabla 35. Concentración de B en mg/L para agua

Punto	Absorbancia a 420 nm	Factor de dilución	Concentración B [mgL ⁻¹]	Concentración B [mgL ⁻¹] por Factor de dilución
P1 A	0,4233	1:5	0,6105	3,0525
P1 B	0,4463	1:5	0,6850	3,4250
P5 A	0,4923	1:5	0,8340	4,1700
P5 B	0,4771	1:5	0,7848	3,9238

Tabla 36. Concentración de B en mg/L para cada punto de estudio.

Punto	Concentración promedio B mg/L	C.V.(%)
Punto 1	3,2387	8,132
Punto 5	4,0469	4,301

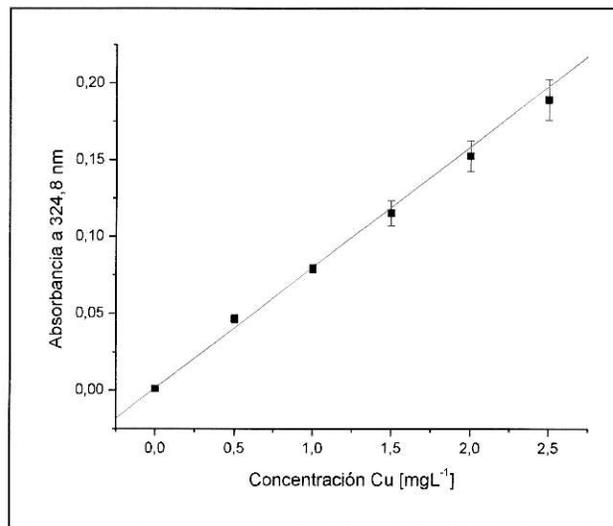
- **Determinación Cobre**
- **Curva de calibración**

Tabla 37. Absorbancias serie de estándares Cu

Concentración mg/L	Absorbancia	Desviación estándar
0	0,0010	0,000354
0,5	0,0465	0,002828
1,0	0,0790	0,002899
1,5	0,1154	0,008132
2,0	0,1524	0,009970
2,5	0,1890	0,013223

Tabla 38. Parámetros Curva calibración Cobre

Parámetro	Valor	Error	
Intercepto	0,00107	3,52761E-4	
Pendiente	0,07853	0,00199	
R	SD	N	P
0,99817	1,19887	6	<0,0001

**Figura 42. Curva de Calibración para Cobre****Tabla 39. Validación método analítico Cobre**

Fracción	Límite de detección	Límite de cuantificación
Seudo-total Sedimentos	0,033726 mgL ⁻¹	0,058938 mgL ⁻¹
Soluble Sedimentos	0,029114 mgL ⁻¹	0,048023 mgL ⁻¹
Total Agua	0,027841 mgL ⁻¹	0,046750 mgL ⁻¹

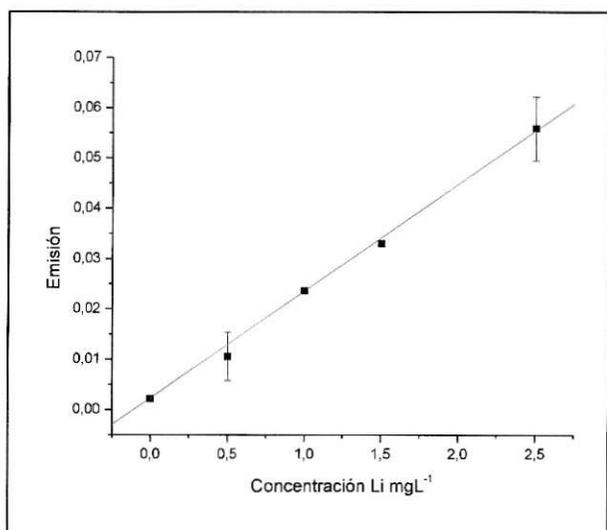
Tabla 40. Concentración promedio Cu en agua y sedimento.

Fracción Seudo-total Sedimentos					
Muestra	Absorbancia	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0020	0,01184	<	0,009295 <	0,003601
Blanco 2	0,0016	0,00674	<		
P1 A	0,0050	0,05004		0,042404	0,009064
P1 B	0,0050	0,05004			
P1* A	0,0036	0,03222			
P1* B	0,0040	0,03731			
P5 A	0,0077	0,08443		0,095886	0,023777
P5 B	0,0064	0,06787			
P5* A	0,0102	0,11626			
P5* B	0,0101	0,11499			
Fracción Soluble Sedimentos					
Muestra	Absorbancia	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0018	0,009295	<	0,007385<	0,002701
Blanco 2	0,0015	0,005475	<		
P1 A	0,0020	0,01184	<	0,008340<	0,003506
P1 B	0,0019	0,01057	<		
P1* A	0,0016	0,00675	<		
P1* B	0,0014	0,00420	<		
P5 A	0,0017	0,00802	<	0,011842<	0,002750
P5 B	0,0021	0,01312	<		
P5* A	0,0020	0,01184	<		
P5* B	0,0022	0,01439	<		
Fracción Total Agua					
Muestra	Absorbancia	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0017	0,008022	<	0,006112<	0,002701
Blanco 2	0,0014	0,004202	<		
P1 A	0,0018	0,00930	<	0,008977<	0,001602
P1 B	0,0016	0,00675	<		
P1* A	0,0019	0,01057	<		
P1* B	0,0018	0,00930	<		
P5 A	0,0018	0,00930	<	0,009932<	0,00127
P5 B	0,0018	0,00930	<		
P5* A	0,0018	0,00930	<		
P5* B	0,0020	0,01184	<		

- **Determinación Litio**
- **Curva de calibración.**

Tabla 41. Absorbancias serie de estándares Li

Concentración mg/L	Emisión	Desviación estándar
0	0,0022	0,000141
0,5	0,0106	0,004808
1,0	0,0236	0,000141
1,5	0,0330	0,000636
2,0	0,0414	0,001131
2,5	0,0559	0,006364

**Figura 43. Curva de Calibración para Litio****Tabla 42. Parámetros Curva calibración de Li**

Parámetro	Valor	Error	
Intercepto	0,00223	1,40142E-4	
Pendiente	0,02129	1,90144E-4	
R	SD	N	P
0,99984	1,14733	5	<0.0001

Tabla 43. Validación método analítico Litio

Fracción	Límite de detección	Límite de cuantificación
Seudo-total Sedimentos	0,9299 mgL ⁻¹	3,1140 mgL ⁻¹
Soluble Sedimentos	0,9252 mgL ⁻¹	3,1093 mgL ⁻¹
Total Agua	0,9299 mgL ⁻¹	3,1140 mgL ⁻¹

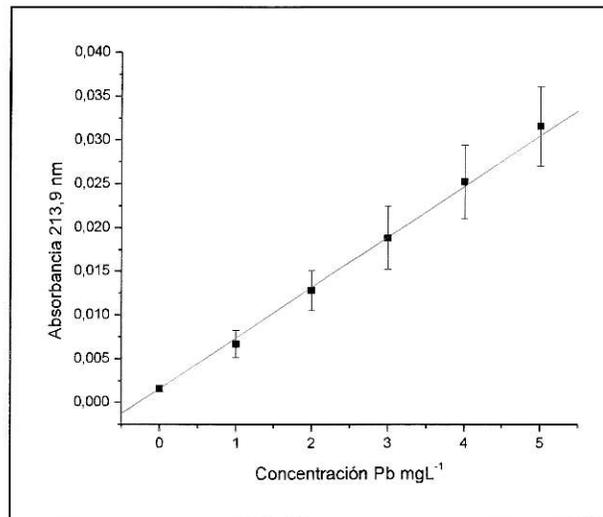
Tabla 44. Concentración promedio Li en agua y sedimento.

Fracción Total Sedimentos						
Muestra	Emisión	Factor dilución	Concentración mgL ⁻¹	L.D.	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0021	-----	-0,0014	<	-0,0061	0,0066
Blanco 2	0,0019	-----	-0,0108	<		
P1 A	0,0052	-----	0,5810	<	0,5752	0,0070
P1 B	0,0052	-----	0,5810	<		
P1* A	0,0053	-----	0,5669	<		
P1* B	0,0052	-----	0,5716	<		
P5 A	0,0044	-----	0,4119	<	0,4178	0,0070
P5 B	0,0044	-----	0,4119	<		
P5* A	0,0045	-----	0,4213	<		
P5* B	0,0045	-----	0,4260	<		
Fracción Soluble Sedimentos						
Muestra	Emisión	Factor dilución	Concentración mgL ⁻¹	L.D.	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0022	-----	-0,0061	<	-0,0108	0,0066
Blanco 2	0,0020	-----	-0,0155	<		
P1 A	0,0146	-----	0,1395	<	0,1407	0,0023
P1 B	0,0146	-----	0,1395	<		
P1* A	0,0143	-----	0,1442	<		
P1* B	0,0144	-----	0,1395	<		
P5 A	0,0110	-----	0,1019	<	0,1043	0,0027
P5 B	0,0110	-----	0,1019	<		
P5* A	0,0112	-----	0,1066	<		
P5* B	0,0113	-----	0,1066	<		
Fracción Total Agua						
Muestra	Emisión	Factor dilución	Concentración mgL ⁻¹	L.D.	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0022	-----	-0,0014	<	-0,0061	0,0066
Blanco 2	0,0020	-----	-0,0108	<		
P1 A	0,0178	1:10	7,3133		7,3016	0,0968
P1 B	0,0175	1:10	7,1724			
P1* A	0,0178	1:10	7,3133			
P1* B	0,0180	1:10	7,4072			
P5 A	0,0186	1:10	7,6891		7,8065	0,1182
P5 B	0,0188	1:10	7,7830			
P5* A	0,0188	1:10	7,7830			
P5* B	0,0192	1:10	7,9709			

- **Determinación de Plomo**
- **Curva de calibración Plomo**

Tabla 45. Absorbancias serie de estándares Pb

Concentración mg/L	Absorbancia	Desviación estándar
0	0,0016	0,000354
1,0	0,0067	0,001556
2,0	0,0128	0,002263
3,0	0,0188	0,003606
4,0	0,0252	0,004172
5,0	0,0315	0,004525

**Figura 44. Curva de Calibración para Plomo****Tabla 46. Parámetros Curva calibración de Pb.**

Parámetro	Valor	Error	
Intercepto	0,00157	3,49081E-4	
Pendiente	0,00577	5,15225E-4	
R	SD	N	P
0,99892	0,25977	6	<0.0001

Tabla 47. Validación método analítico Plomo

Fracción	Límite de detección	Límite de cuantificación
Seudo-total Sedimentos	0,41358 mgL ⁻¹	0,67093 mgL ⁻¹
Lábil Sedimentos	0,42014 mgL ⁻¹	0,59171 mgL ⁻¹
Total Agua	0,56064 mgL ⁻¹	1,16113 mgL ⁻¹

Tabla 48. Concentración promedio Pb en agua y sedimento.

Fracción Total Sedimentos					
Muestra	Absorción	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0019	0,05719	<	0,03120<	0,036764
Blanco 2	0,0016	0,00520	<		
P1 A	0,0022	0,10919	<	0,11352<	0,035728
P1 B	0,0022	0,10919	<		
P1* A	0,0020	0,07452	<		
P1* B	0,0025	0,16118	<		
P5 A	0,0025	0,16118	<	0,20884<	0,062287
P5 B	0,0027	0,19584	<		
P5* A	0,0026	0,17851	<		
P5* B	0,0033	0,29983	<		
Fracción Lábil Sedimentos					
Muestra	Absorción	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0021	0,09185	<	0,07452<	0,024509
Blanco 2	0,0019	0,05719	<		
P1 A	0,0024	0,14385	<	0,11785<	0,072845
P1 B	0,0027	0,19584	<		
P1* A	0,0017	0,02253	<		
P1* B	0,0022	0,10919	<		
P5 A	0,0020	0,07452	<	0,10052<	0,0538843
P5 B	0,0018	0,03986	<		
P5* A	0,0023	0,12652	<		
P5* B	0,0025	0,16118	<		
Fracción Total Agua					
Muestra	Absorción	Concentración mgL ⁻¹	LD	Concentración Promedio mgL ⁻¹	S.D.
Blanco 1	0,0014	-0,02946	<	0,03120<	0,085784
Blanco 2	0,0021	0,09185	<		
P1 A	0,0018	0,03986	<	0,03986<	0,037439
P1 B	0,0021	0,09185	<		
P1* A	0,0016	0,00520	<		
P1* B	0,0017	0,02253	<		
P5 A	0,0020	0,07452	<	0,08752<	0,051751
P5 B	0,0018	0,03986	<		
P5* A	0,0020	0,07452	<		
P5* B	0,0025	0,16118	<		

- **Determinación Arsénico**

- **Curva de calibración para agua**

Tabla 49. Absorbancias serie de estándares As en agua

Concentración μgL^{-1}	Absorbancia	Desviación estándar
0,1	0,0009	7,0711E-05
0,5	0,0011	0,000707
1,0	0,0018	0,000907
2,0	0,0026	0,001414
3,5	0,0038	0,002333
4,5	0,0047	0,001484

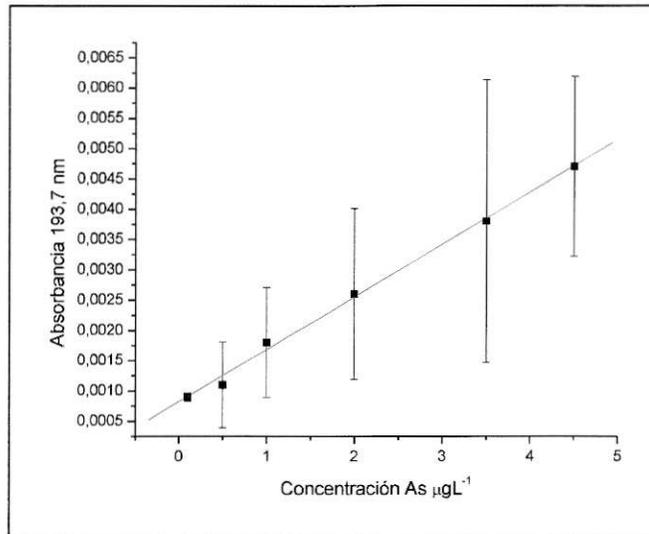


Figura 45. Curva de Calibración para Arsénico en agua

Tabla 50. Parámetros Curva calibración de As Agua

Parámetro	Valor	Error	
Intercepto	8,1255E-4	7,77938E-5	
Pendiente	8,6756E-4	2,68543E-4	
R	SD	N	P
0,99703	0,12483	6	<0.0001

Tabla 51. Validación método analítico Arsénico en agua

Fracción	Límite de detección	Límite de cuantificación
Total Agua	6,2489 μgL^{-1}	11,9543 μgL^{-1}

- Curva de calibración para sedimento

Tabla 52. Absorbancias serie de estándares As en sedimento.

Concentración μgL^{-1}	Absorbancia	Desviación estándar
0,1	0,00190	0,001414
2,0	0,00200	0,001273
7,5	0,00280	0,000848
8,5	0,00325	0,000494
12	0,00355	0,001060

Tabla 53. Parámetros Curva calibración de As Sedimento.

Parámetro	Valor	Error	
Intercepto	0,00181	9,95107E-4	
Pendiente	1,57001E-4	1,21262E-4	
R	SD	N	P
0,9647	0,20407	5	0,00792

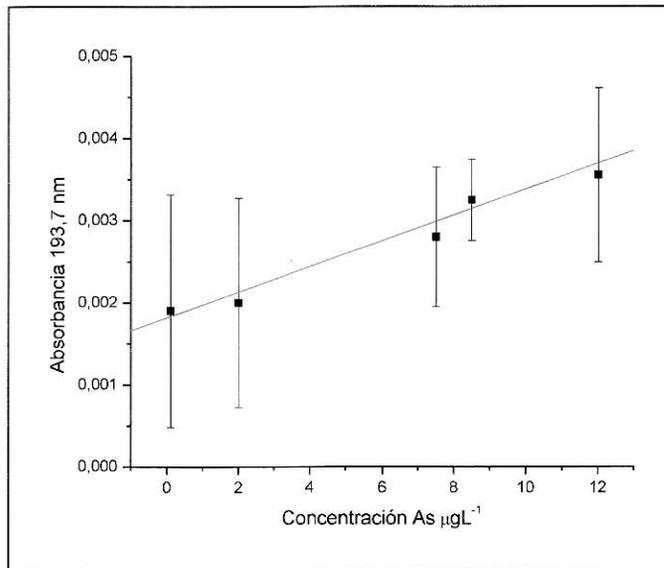


Figura 46. Curva de Calibración para Arsénico en sedimento

Tabla 54. Validación método analítico As en sedimento.

Fracción	Límite de detección	Límite de cuantificación
Seudo-total Sedimentos	36,1324 μgL^{-1}	92,6267 μgL^{-1}
Soluble Sedimentos	44,1527 μgL^{-1}	91,4433 μgL^{-1}

Tabla 55. Concentración promedio As en agua y sedimento.

Fracción Seudo-total Sedimentos					
Muestra	Absorbancia	Concentración	LD	Concentración Promedio μgL^{-1}	S.D.
Blanco 1	0,0041	14,5860	<	16,4968<	2,7023
Blanco 2	0,0047	18,4076	<		
P1 A	0,0046	17,7707	<	20,0000<	12,1799
P1 B	0,0042	15,2229	<		
P1* A	0,0077	37,5159	<		
P1* B	0,0033	9,4904	<	6,0934<	4,6950
P5 A	0,0036	11,4013	<		
P5 B	0,0025	4,3949	<		
P5* A	0,0022	2,4841	<		
P5* B	0,0012	-3,8854	<		
Fracción Soluble Sedimentos					
Muestra	Absorbancia	Concentración	LD	Concentración Promedio μgL^{-1}	S.D.
Blanco 1	0,0030	7,5796	<	12,3567	6,7557
Blanco 2	0,0045	17,1338	<		
P1 A	0,004	13,9490	<	16,3376	4,36278
P1 B	0,0036	11,4013	<		
P1* A	0,0049	19,6815	<		
P1* B	0,005	20,3185	<	-32,3885	20,3048
P5 A	-0,0017	-22,3567	<		
P5 B	-0,0023	-26,1783	<		
P5* A	-0,0011	-18,5350	<		
P5* B	-0,008	-62,4841	<		
Fracción Total Agua					
Muestra	Absorbancia	Concentración	LD	Concentración Promedio μgL^{-1}	S.D.
Blanco 1	0,0028	2,2909	<	2,8672	0,8150
Blanco 2	0,0038	3,4435	<		
P1 A	0,0043	4,0198	<	3,6740	0,6171
P1 B	0,0036	3,2130	<		
P1* A	0,0046	4,3656	<		
P1* B	0,0035	3,0977	<	-3,4436	0,0014
P2 A	-0,0006	-1,6282	<		
P2 B	-0,0021	-3,3572	<		
P2* A	-0,0041	-5,6625	<		
P2* B	-0,0019	-3,1266	<		

6.4 Localización puntos de muestreo.

