

| | | | |
|--|---|------------------|------------|
|  | GESTIÓN DE SERVICIOS ACADÉMICOS Y BIBLIOTECARIOS | CÓDIGO | FO-GS-15 |
| | | VERSIÓN | 02 |
| ESQUEMA HOJA DE RESUMEN | | FECHA | 03/04/2017 |
| | | PÁGINA | 1 de 1 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | |
| Jefe División de Biblioteca | Equipo Operativo de Calidad | Líder de Calidad | |

RESUMEN TRABAJO DE GRADO

AUTOR(ES):

NOMBRE(S): WENDY LILIANA APELLIDOS: UMBARIBA MARULANDA

FACULTAD: DE CIENCIAS AGRARIAS Y DEL AMBIENTE

PLAN DE ESTUDIOS: INGENIERÍA BIOTECNOLÓGICA

DIRECTOR:

NOMBRE(S): JORGE APELLIDOS: CORREDOR RODRÍGUEZ

TÍTULO DEL TRABAJO (TESIS): IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540F, ACIDEZ SM 2310B SEGÚN LOS MÉTODOS NORMALIZADOS DEL STANDARD METHODS EDICIÓN 23/2017 PARA EL LABORATORIO DE AGUAS CAMPOS ELÍSEOS-UFPS.

La calidad del agua es crucial para el consumo humano, industrial y agrícola. Los laboratorios de análisis de aguas necesitan confirmar y validar métodos de análisis para ofrecer servicios precisos y confiables. El laboratorio de aguas de la Universidad Francisco de Paula Santander incluirá los métodos de sólidos sedimentables y acidez para ampliar los ensayos acreditados y aumentar los servicios que ofrecen a la comunidad.

El objetivo de este trabajo dirigido es la implementación de los métodos de sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) según el Standard Methods edición 23, con el fin de dar apoyo en los procedimientos internos del laboratorio para ampliar el alcance de los ensayos acreditados y aumentar los servicios de extensión que se prestan a la comunidad norte santandereana.

Se ha generado la documentación necesaria para validar los métodos de sólidos sedimentables y acidez total, cumpliendo con la norma TC-ISO/IEC 17025:2017. El método de sólidos sedimentables presenta resultados confiables, con coeficientes de variación menores al 10%. El método de acidez total también ha sido confirmado como adecuado para el análisis de muestras, y se recomienda la determinación del pH inicial para evitar resultados negativos en muestras con pH mayor a 7. Ambos métodos estarán disponibles para uso rutinario en el laboratorio para ampliar la oferta de servicios de análisis de agua.

PALABRAS CLAVES: Calidad del agua, laboratorios de análisis, métodos de análisis, sólidos sedimentables, acidez total, norma ISO/IEC 17025:2017.

CARACTERÍSTICAS:

PÁGINAS: 167 PLANOS: ILUSTRACIONES: CD ROM

IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES
SM 2540F, ACIDEZ SM 2310B SEGÚN LOS MÉTODOS NORMALIZADOS DEL
STANDARD METHODS EDICIÓN 23/2017 PARA EL LABORATORIO DE AGUAS
CAMPOS ELÍSEOS-UFPS.

WENDY LILIANA UMBARIBA MARULANDA

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS Y DEL AMBIENTE
INGENIERÍA BIOTECNOLÓGICA
SAN JOSÉ DE CÚCUTA

2023

IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES
SM 2540F, ACIDEZ SM 2310B SEGÚN LOS MÉTODOS NORMALIZADOS DEL
STANDARD METHODS EDICIÓN 23/2017 PARA EL LABORATORIO DE AGUAS
CAMPOS ELÍSEOS-UFPS.

WENDY LILIANA UMBARIBA MARULANDA

Trabajo dirigido presentado como requisito parcial para optar por el título de:
Ingeniero biotecnológico

Trabajo dirigido

Director

MSc. Jorge Corredor Rodríguez

UNIVERSIDAD FRANCISCO DE PAULA SANTANDER
FACULTAD DE CIENCIAS AGRARIAS Y DEL AMBIENTE
INGENIERÍA BIOTECNOLÓGICA
SAN JOSÉ DE CÚCUTA

2023



ACTA DE SUSTENTACION DE UN TRABAJO DE GRADO

FECHA: 11 de Abril 2023

HORA: 04:00 P.M.

LUGAR: UFPS - CUCUTA, NORTE DE SANTANDER - SC303

PLAN DE ESTUDIOS: INGENIERÍA BIOTECNOLÓGICA

TITULO: "IMPLEMENTACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO DE
SOLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540F, ACIDEZ SM 2310B SEGÚN LOS
MÉTODOS NORMALIZADOS DEL STANDARD METHODS EDICIÓN 23/2017
PARA EL LABORATORIO DE AGUAS CAMPOS ELÍSEOS-UFPS."

MODALIDAD: TRABAJO DIRIGIDO

JURADO: HEBERTH MILTON MOJICA SANCHEZ
RENZO JOSE PARADA SOLANO
PAOLA ANDREA ROMÁN HERNÁNDEZ

ENTIDAD: LABORATORIO DE AGUAS UFPS

DIRECTOR: JORGE CORREDOR RODRIGUEZ

| NOMBRE DE LOS ESTUDIANTE | CODIGO | CALIFICACION |
|-------------------------------------|---------------|---------------------|
| WENDY LILIANA UMBARIBA MARULANDA | 1611294 | 4.5 |

OBSERVACIONES: MERITORIO.

FIRMA DE LOS JURADOS

**Heberth Milton Mojica Sanchez
Hernández**

Renzo Jose Parada Solano

Paola Andrea Román

Vo. Bo Coordinador Comité Curricular

Tabla de Contenido

| | pág. |
|--------------------------------|------|
| Introducción | 13 |
| 1. El Problema | 14 |
| 1.1 Título | 14 |
| 1.2 Planteamiento del Problema | 14 |
| 1.3 Formulación del Problema | 15 |
| 1.4 Justificación | 15 |
| 1.5 Objetivos | 16 |
| 1.5.1. Objetivo General | 16 |
| 1.5.2. Objetivos Específicos | 16 |
| 1.6 Alcances y Limitaciones | 17 |
| 1.6.1. Alcances | 17 |
| 1.6.2. Límites | 17 |
| 1.7 Delimitaciones | 18 |
| 1.7.1 Espacial | 18 |
| 1.7.2 Temporal | 19 |
| 1.7.3 Conceptual | 19 |
| 2. Marco Referencial | 21 |
| 2.1 Antecedentes | 21 |

| | |
|--|----|
| 2.2 Marco Teórico | 23 |
| 2.2.1 Agua | 23 |
| 2.2.2 Propiedades Fisicoquímicas del Agua | 24 |
| 2.2.3 Tipos de Agua | 24 |
| 2.2.4 Parámetros de Clasificación del Agua | 27 |
| 2.2.5. Acidez | 30 |
| 2.2.6. Sólidos | 31 |
| 2.2.7. Sólidos Sedimentables | 33 |
| 2.4 Marco Contextual | 34 |
| 2.5 Marco Legal | 36 |
| 3. Diseño Metodológico | 44 |
| 3.1 Tipo de Investigación | 44 |
| 3.2 Población y Muestra | 44 |
| 3.2.1 Población | 44 |
| 3.2.2 Muestra | 44 |
| 3.3 Etapas a Cumplir en el Desarrollo del Proyecto | 46 |
| 3.4 Instrumentos | 62 |
| 3.5 Técnicas de Recolección de Datos | 63 |
| 3.6 Técnicas de Análisis | 63 |
| 4. Resultados y Discusiones | 64 |

| | |
|----------------------------|-----|
| 5. Conclusiones | 94 |
| 6. Recomendaciones | 95 |
| Referencias Bibliográficas | 96 |
| Anexos | 100 |

Lista de Tablas

| | pág. |
|--|------|
| Tabla 1. Captura de la información | 63 |
| Tabla 2. Documentos para estandarización de métodos. | 64 |
| Tabla 3. Listado de equipos utilizados en ambos métodos | 65 |
| Tabla 4. Listado de material volumétrico | 68 |
| Tabla 5. Listado de reactivos | 70 |
| Tabla 6. Listado de calibración del material volumétrico | 71 |
| Tabla 7. Matrices de interés para cada método | 73 |
| Tabla 8. Cálculos tenidos en cuenta para realizar la estandarización | 74 |
| Tabla 9. Ensayo Individuales límites del método | 76 |
| Tabla 10. Definición LDM | 78 |
| Tabla 11. Medidas individuales para hallar el LRM | 80 |
| Tabla 12. Determinación de la máxima concentración del método. | 81 |
| Tabla 13. Resultados de mediciones Químio-métricas | 84 |
| Tabla 14. Resultados de Mediciones Químio-métricas | 87 |
| Tabla 15. Resumen de los límites del método SM | 90 |
| Tabla 16. Resumen de los límites del método de acidez | 92 |

Lista de Figuras

| | pág. |
|--|------|
| Figura 1. Tipos de análisis para aguas | 28 |
| Figura 2. Tipos de análisis según el uso del agua. | 29 |
| Figura 3. Tipo de sólidos según el tamaño de la partícula. | 33 |
| Figura 4. Ubicación universidad Francisco de Paula Santander sede Campos Elíseos | 35 |
| Figura 5. Ubicación satelital de la ciudad de Cúcuta | 35 |
| Figura 6. Valores permisibles de parámetros para aguas RD y RND | 42 |
| Figura 7. pH-metro y Buffers de (4, 7, 9, 10) | 47 |
| Figura 8. Verificación de material volumétrico | 48 |
| Figura 9. Equipo operativo del laboratorio de aguas UFPS | 48 |
| Figura 10. Tamizaje de arena de río | 49 |
| Figura 11. Agua destilada libre de CO ₂ | 50 |
| Figura 12. Triturado de Hidrógeno Ftalato de Potasio | 50 |
| Figura 13. Secado de Hidrógeno Ftalato de Potasio a 120°C durante dos horas | 51 |
| Figura 14. Enfriado en el desecador del Hidrógeno Ftalato de Potasio | 51 |
| Figura 15. Reactivo del Hidrógeno Ftalato de Potasio estandarizado | 51 |
| Figura 16. Preparación de solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N. | 52 |
| Figura 17. Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0.02 N | 52 |
| Figura 18. Solución de ácido sulfúrico 0,025 N | 54 |
| Figura 19. Definición de los rangos operativos de los métodos | 54 |
| Figura 20. Corrida de blancos | 55 |
| Figura 21. Recolección de muestra de agua industrial y superficial | 56 |

| | |
|---|----|
| Figura 22. Transponte de las muestra | 56 |
| Figura 23. Almacenamiento de las muestras | 56 |
| Figura 24. Llenado del cono Imhoff con la muestra | 58 |
| Figura 25. Muestra sedimentada durante 45 minutos | 58 |
| Figura 26. Muestra de solidos sedimentables agitada durante 15 minutos | 59 |
| Figura 27. Solidos sedimentados en el cono Imhoff | 59 |
| Figura 28. Formato FO-EXLA-15 control del pH-metro | 72 |
| Figura 29. Soluciones buffer certificadas | 72 |
| Figura 30. Verificación del equipo medidor de pH | 73 |
| Figura 31. Toma de muestra de agua superficial para analisis de solidos sedimentables | 82 |
| Figura 32. Muestra de agua superficial para solidos sedimentables | 82 |
| Figura 33. Toma de muestra de agua subterranea para analisis de acidez | 83 |
| Figura 34. Muestras de agua residual industrial y agua residual domestica para análisis de acidez | 83 |

Lista de Gráficas

| | pág. |
|---|------|
| Gráfica 1. Carta control para el porcentaje de recuperación de las muestras duplicadas para solidos sedimentables | 86 |
| Gráfica 2. Carta control para el porcentaje de recuperación de las muestras duplicadas método de acidez total. | 89 |
| Gráfica 3. Cuantificación global de las fuentes de incertidumbre de SM | 91 |
| Gráfica 4. Cuantificación global de las fuentes de incertidumbre de acidez | 93 |

Lista de Anexos

| | pág. |
|--|------|
| Anexo 1. Verificación De Bureta De Vidrio Marca Glassco De Capacidad De 50 ml | 101 |
| Anexo 2. Verificación De Balón Aforado De Vidrio Marca Marienfeld De Capacidad De 250 ml | 103 |
| Anexo 3. Verificación De pipeta graduada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 5 ml | 104 |
| Anexo 4. Verificación De pipeta graduada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 10ml | 106 |
| Anexo 5. Verificación De pipeta aforada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 100ml | 108 |
| Anexo 6. Protocolo de análisis método de solidos sedimentable. | 110 |
| Anexo 7. Protocolo de validación de solidos sedimentables. | 116 |
| Anexo 8. Protocolo de análisis método de acidez total. | 132 |
| Anexo 9. Protocolo de validación de acidez total. | 141 |
| Anexo 10. Formato datos de análisis de solidos sedimentables. | 163 |
| Anexo 11. Formato datos de validación solidos sedimentables. | 164 |
| Anexo 12. Formato datos de análisis acidez total. | 165 |
| Anexo 13. Formato datos de validación acidez total. | 166 |
| Anexo 14. Formato de estandarización de soluciones método de acidez total. | 167 |

Introducción

La calidad del agua es de vital importancia a la hora de usar ya sea para consumo humano, para uso industrial o agrícola; por esta razón, muchas industrias encargadas del tratamiento de aguas, buscan que las características del agua cumplan con las normativas de la región, esto lleva a la necesidad de tener a su disposición laboratorios que realicen análisis fisicoquímicos, microbiológicos, gravimétricos, entre otros, con resultados que sean confiables y precisos.

Los laboratorios con el fin de brindar servicios de análisis veraces, necesitan confirmar y validar métodos de análisis, mediante la aplicación de ensayos precisos bajo la normativa de la región y procesos ya estandarizados que corroboren la exactitud de los resultados a los análisis en aguas. Por esta razón, el laboratorio de aguas de la sede Campos Elíseos de la Universidad Francisco de Paula Santander, ha visto la necesidad de incluir la validación de algunos métodos de análisis de aguas, y de esta forma, ampliar las opciones de métodos para evaluar la calidad del agua.

El objetivo de este trabajo dirigido es la implementación de los métodos de sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) según el Standard Methods edición 23, con el fin de dar apoyo en los procedimientos internos del laboratorio para ampliar el alcance de los ensayos acreditados y aumentar los servicios de extensión que se prestan a la comunidad norte santandereana.

1. El Problema

1.1 Título

Implementación de los métodos de ensayo de sólidos sedimentables SM 2540F, acidez SM 2310B según los métodos normalizados del Standard Methods Edición 23/2017 para el Laboratorio de aguas Campos Elíseos-UFPS.

1.2 Planteamiento del Problema

En la actualidad, el laboratorio de aguas de la Universidad Francisco de Paula Santander ejecuta diferentes análisis físico-químicos y microbiológicos al agua. Con el fin de ampliar el alcance de los ensayos acreditados y aumentar los servicios de extensión que se prestan a la comunidad de Norte de Santander, el laboratorio de aguas UFPS realizó un estudio de los análisis que más demanda tenía en la comunidad por lo que se concluyó que los siguientes métodos hacen parte de los análisis más demandados: sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B). Los cuales el laboratorio no los tiene confirmados según la técnicas establecidas en el Standard Methods Edición Ed. 23/2017 y como apoyo a una futura acreditación se hace necesario llevar a cabo la confirmación de los métodos basados en una serie de requisitos que establece no solo el Standard Methods si no también la norma NTC ISO/IEC 17025. La cual garantice competencia técnica, resultados confiables y veraces además de cumplir con los parámetros del sistema de gestión de la calidad del laboratorio de aguas de la UFPS. Finalmente, en la búsqueda de mejorar las problemáticas expuestas anteriormente y con el fin de apoyar la ampliación de los métodos acreditados se ejecutó este trabajo dirigido.

1.3 Formulación del Problema

¿Es posible implementar ensayos de confirmación según la metodología de Standard Methods Ed. 23/2017 para sólidos sedimentables (2540F) y acidez (2310B) el laboratorio de aguas Campos Elíseos-UFPS?

1.4 Justificación

La confirmación de métodos nace de la necesidad de demostrar la veracidad y confiabilidad de los diversos análisis realizados en los laboratorios. Su importancia en el ámbito científico, ecológico y ambiental se centra en la precisión de la obtención de resultados con el fin de diseñar soluciones adecuadas a problemáticas que se puedan presentar en el medio.

Los laboratorios por su parte, presentan diversidad de servicios a la hora de realizar estudios de aguas, sin embargo, un laboratorio acreditado en la realización de análisis, presenta resultados más confiables, precisos y veraces. Para ello se necesita el cumplimiento de la norma ISO/IEC 17025:2018 “Requisitos Generales para la Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración”, la cual presenta como un requisito que el laboratorio debe verificar que puede aplicar de manera correcta los métodos de ensayo antes de utilizarlos, demostrando que los resultados generados son válidos (ISO/IEC 17025:2018). Permitiendo que el laboratorio pueda operar de forma competente y ser reconocida por la confiabilidad de sus resultados.

Las empresas a nivel departamental que tienen como materia prima el agua, deben tener en cuenta los requerimientos y los parámetros a analizar de acuerdo a las normas que acojan a estas para garantizar un producto o servicio de calidad a la comunidad. Debido a esto, el laboratorio quiere abarcar los ensayos que más requiere la región, y en su proceso de acreditación anterior se encontraron como principales ensayos solicitados por la comunidad norte santandereana los de

sólidos sedimentables, acidez. Por esta razón se hace necesaria la verificación de los métodos mencionados para permitir la ampliación de servicios prestados por el laboratorio.

1.5 Objetivos

1.5.1. Objetivo General. Implementar los métodos sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) según el Standard Methods edición 23/2017 en el laboratorio de aguas en la UFPS.

1.5.2. Objetivos Específicos. Establecer las condiciones de trabajo óptimas, en cuanto a equipamiento y condiciones ambientales para los métodos de sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) de acuerdo con los requisitos analíticos exigidos por el estándar método Ed. 23.

Desarrollar los protocolos de análisis correspondientes para cada uno de los métodos de ensayo a verificar de acuerdo con los controles de calidad (tener en cuenta intervalos de medición y estándares de corrida).

Realizar la toma de muestra de acuerdo con las matrices de agua que se analizan en el laboratorio para ejecutar el plan de corrida de cada método de ensayo conforme lo estipulado por el sistema de gestión del laboratorio basado en la NTC ISO/IEC 17025:2017.

Realizar el cálculo de las variables estadísticas determinadas por el laboratorio según la NTC ISO / IEC 17025:2017 (repetibilidad, reproducibilidad, desviación estándar, coeficiente de variación, % error, % recuperación y cálculo de incertidumbre) para garantizar resultados confiables.

1.6 Alcances y Limitaciones

1.6.1 Alcances. Con el fin de confirmar los métodos gravimétricos de sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) del Standard Methods, y a su vez de evaluar la calidad del agua de la zona, se busca analizar distintas muestras de aguas en el laboratorio de aguas de la Universidad Francisco de Paula Santander.

Con la verificación de la disponibilidad de equipos y materiales con que cuenta el laboratorio, se plantean los diversos análisis de control de calidad para cada uno de los métodos que se van a llevar a cabo y se establecen las condiciones óptimas usando los parámetros de control de calidad como: Calibración, duplicación, precisión, entre otros.

Realizar los análisis de sólidos sedimentables (2540F), acidez (2310B) según el Standard Methods. La investigación sirve como material de apoyo para una futura validación de dichos métodos fisicoquímicos ya que esta permite establecer las condiciones óptimas para el desarrollo de los métodos, además de que permite obtener los datos estadísticos de los parámetros de control y las corridas de las muestras para conocer la reproducibilidad, la incertidumbre y exactitud de cada método.

1.6.2 Límites. Los resultados y la información obtenida sólo aplican para el área metropolitana de Cúcuta y no para las demás ciudades del país, ya que los valores de sólidos sedimentable y acidez en otras zonas pueden ser diferentes a las obtenidas en esta investigación.

El color y la turbidez de las muestras pueden interferir en los resultados de acidez ya que no se puede ver claramente el cambio de color con la fenolftaleína a un PH de 8.3, por lo que en algunos casos se debe hacer tratamiento con peróxido de hidrogeno.

Al momento de realizar el análisis de acidez se debe hacer rápidamente, agitar suavemente y mantener la muestra tapada si es posible para evitar cualquier pérdida de CO₂ ya que esto puede afectar el resultado.

Las capas de materiales aceitosos presentes en algunos tipos de aguas pueden disminuir la respuesta del electrodo. Para evitar esto, se limpian suavemente con un paño o mediante lavado con detergente y enjuague con agua destilada. Puede ser necesario un tratamiento adicional con HCl 1+9 para remover la película remanente.

La temperatura afecta la medida del pH al influir en las condiciones de los equilibrios químicos y en las propiedades mecánicas del electrodo; por tanto, debe informarse la temperatura cada vez que se mide el pH.

Se debe tener en cuenta las interferencias de los métodos a analizar ya que a la hora de realizar la confirmación de los métodos, los resultados de estos pueden verse afectados a causa de estas interferencias

Tener las condiciones óptimas para cada método de ensayo es un factor muy importante, por lo que se debe contar con los equipos previamente calibrados, con todos los materiales y reactivos necesarios para realizar dichos métodos.

1.7 Delimitaciones

1.7.1 Espacial. El proyecto se llevará a cabo de manera presencial en el laboratorio de aguas que se encuentra en la Universidad Francisco de Paula Santander en la Sede Campos Elíseos. En el municipio de Cúcuta de Norte de Santander- Colombia.

1.7.2 Temporal. Un periodo estimado de 3 meses dispuesto por la disponibilidad de cada uno de los integrantes que participan en el trabajo dirigido.

1.7.3 Conceptual. Aguas residuales: aguas que provienen del sistema de abastecimiento de agua de una población, después de haber sido modificadas por diversos usos en actividades domésticas, industriales y comunitarias.

Aguas tratadas: resultado del proceso que se le da al agua residual, doméstica, industrial o de la misma lluvia luego de que pase por plantas de tratamiento bajo un proceso que varía según las características del agua.

Sólidos sedimentables: La parte de sólidos en suspensión que por tamaño y peso pueden sedimentar al lapso de una hora en el cono Imhoff.

Sólidos: Se define como sólidos aquel material que permanece después de la evaporación y secado de una muestra de volumen determinado, éste material puede ser de naturaleza orgánica o inorgánica siendo de esta manera considerado como un contaminante del agua.

Validación: Confirmación a través de aportación de evidencias objetivas de que un elemento dado satisface los requisitos especificados.

Parámetros de confirmación: Características de validación que necesitan ser evaluadas y que típicamente corresponden a la siguiente lista: exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de Cuantificación, linealidad, intervalo de linealidad y robustez.

Precisión: Es una medida de cuán cerca están los resultados entre sí. Por lo general, se expresa mediante parámetros estadísticos que describen la propagación de los resultados, típicamente la desviación estándar (o desviación estándar relativa), calculada a partir de los resultados obtenidos mediante la realización de mediciones repetidas en un material adecuado en condiciones específicas.

Exactitud: medición de la diferencia entre los resultados previstos del análisis y el valor de referencia aceptado, debido a un error sistemático del método y del laboratorio. Normalmente se expresa en porcentaje.

Incertidumbre: intervalo asociado con un resultado de medida que expresa el intervalo de valores que razonablemente pueden atribuirse a la cantidad que se está midiendo.

Acidez: capacidad cuantitativa del agua para reaccionar con una base fuerte a un pH designado.

Reproducibilidad: capacidad de un ensayo o experimento de ser reproducido o replicado por otros. Variación que se observa cuando diferentes operadores miden la misma parte muchas veces, usando el mismo sistema de medición bajo las mismas condiciones.

2. Marco Referencial

2.1 Antecedentes

Para la Implementación de los métodos de ensayo de sólidos sedimentable SM 2540F y acidez SM 2310B según los métodos normalizados del Standard Methods Edición 23/2017 para el laboratorio de aguas de Campos Elíseos- UFPS se tomaran como referencias trabajos que aportaran información sobre el tema y que han sido realizados todo a nivel nacional como internacional. Entre estos trabajos se encuentran:

Validación de Métodos de ensayo para determinación de pH, Conductividad, Sólidos Sedimentables, Sólidos Suspendidos y Sólidos Disueltos en aguas en el Laboratorio Ambiental Environovalab Autora Ruiz Román, KL. (2018) Laboratorio Ambiental Environovalab. Quito, Ecuador. Para el desarrollo de su proyecto se establecieron alcances e intervalos de trabajo, se realizó un diseño experimental. También se hizo los ensayos normalizados, se calcularon los parámetros de desempeño teniendo en cuenta lo establecido por el libro Standard Methods para cada uno de los métodos y como resultado se elaboró la documentación de la declaración del método validado.

Validación de métodos de ensayo para DQO, tensoactivos; y aceites y grasas en aguas, en el Laboratorio Ambiental y Consultoría Environovalab Cía. Ltda. Autora Zumba Ochoa, JA. (2018) Laboratorio Ambiental y Consultoría Environovalab Cía. Ltda. Quito, Ecuador. En el proyecto, la autora estableció los objetivos de validación basándose en el libro Standard Methods los cuales fueron: coeficiente de variación de repetibilidad, coeficiente de variación de reproducibilidad y veracidad e incertidumbre; en base a esto se realizó un diseño experimental por cada método de ensayo, todo bajo las condiciones de repetibilidad y reproducibilidad, luego se

realizó el plan de corrida y se hizo los análisis estadísticos mediando ANOVA (Análisis de Varianza). Por último, se calculó la incertidumbre y se revisó si los resultados obtenidos cumplían con los parámetros de validación establecidos.

Análisis de los parámetros de calidad del agua del efluente del río muerto para su posible reutilización del Cantón Manta, Ecuador, Autor Cedeño Muñoz, HA. (2020) Cantón Manta, Ecuador. En este proyecto se analizó los parámetros de calidad del agua del mar muerto del cantón Manta en Ecuador y se emplearon procedimientos estandarizados con el fin de evitar la alteración de las muestras al momento de realizar los análisis de laboratorio. Para luego comparar los resultados con las normas TUSLMA 2015, encontrándose en algunos parámetros, que los valores son superiores a los permitidos por las normas, y que el sitio con más grado de contaminación se halla en la desembocadura del lugar. Se concluye en la necesidad de que haya una planta de tratamientos de aguas con el fin de disminuir la contaminación por vertimientos.

Desarrollo, validación y análisis de calidad de los diferentes efluentes de la empresa americana de curtidos ltda. y cia. s.c.a para los métodos analíticos de acidez total, alcalinidad total, dureza cálcica y dureza total. Autora Rincón Grajales, SX. (2018) Pereira, Colombia. En el presente proyecto se desarrolló los métodos de análisis como acidez total, alcalinidad total, dureza cálcica y dureza total bajo los parámetros de lineabilidad, sensibilidad límite de detección, límite de cuantificación para obtener concentraciones de diferentes efluentes; todo lo anterior siguiendo la Resolución 0631 de 2015 donde se fijan los parámetros y los valores máximos permisibles que deberán cumplir los vertimientos puntuales a las aguas superficiales y los sistemas de alcantarillado público.

2.2 Marco Teórico

2.2.1 Agua. El agua es el recurso fundamental e insustituible para el desarrollo de la vida, un elemento clave para el funcionamiento y mantenimiento de los ecosistemas y de su biodiversidad, y de muchas actividades socioeconómicas. Se lo considera como uno de los compuestos más abundantes presente en el planeta cubriendo tres cuartas partes de la superficie total de la Tierra; y se la encuentra en océanos, lagos, ríos; en el aire, en el suelo. Es vital su participación en la mayoría de los procesos metabólicos que ocurren en la naturaleza, por ello se le considera como el solvente universal gracias a su capacidad de disolver todo tipo de sustancias en general. (Fernández, 2013).

Cirelli (2012), afirma que los océanos representan casi el 97,5 % del agua del planeta. Únicamente un 2,5% es agua dulce. Los glaciares, la nieve y el hielo de los cascos polares representan casi el 80%, el agua subterránea 19% y el agua de superficie accesible rápidamente sólo el 1%. Esta baja cantidad de agua fácilmente accesible, se encuentra principalmente en lagos (52%) y humedales (38%). Sus usos principales se resumen en uso doméstico en los hogares, en el sector agroindustrial ya sea para riego de cultivo o para crianza de animales, y en las industrias para la elaboración de productos generalmente de consumo humano.

Sin embargo luego de su uso, estas aguas quedan con demasiada contaminación y sin un adecuado tratamiento se descargan en cuerpos de agua como ríos o lagunas, afectando gravemente los ecosistemas allí presentes (Ruiz, 2018). Por ello se han venido creando diversas estrategias, para el caso de las industrias se exigen que cuenten con planta tratadora de aguas para disminuir en parte dicha contaminación. (Olivo et al., 2010), con el fin de que se disminuyan las concentraciones de componentes tóxicos presentes en el agua, además de permitir que se pueda reutilizar en otros procesos industriales.

2.2.2 Propiedades Fisicoquímicas del Agua. El agua está formada por dos átomos de hidrógeno y un átomo de oxígeno unidos por un enlace covalente. La formación de enlaces entre dos o más moléculas de agua se establece por puentes de hidrógeno, el oxígeno debido a su electronegatividad atrae más electrones, logrando de esa manera formar dipolos eléctricos. Ruiz (2018), afirma que el agua se caracteriza por tener transformaciones en su estado físico, las temperaturas de transformación de un estado a otro han sido tomadas como puntos fijos pese a que su punto de congelación y ebullición sean anormales.

Según Martínez (2013) el agua tiene la tensión superficial más alta de todos los líquidos comunes, tiene una gran capacidad de cohesión y se adhiere a la mayoría de las sustancias sólidas con que entra en contacto.

A temperatura ambiente el agua es incolora, inodora e insípida, aunque a veces puede tomar una leve tonalidad azul debido a la facilidad que tiene de absorber longitudes de onda larga, también tiene un matiz azul que sólo puede detectarse en capas de gran profundidad (Martínez, 2013). Las transformaciones tanto químicas como físicas que pueden generarse en el agua entre sustancias disueltas en la misma se deben a su alto momento dipolar y a una alta constante dieléctrica (Félez 2009, citado en Ruiz 2018).

2.2.3 Tipos de Agua. Agua natural

Las aguas naturales son aquellas que se encuentran en el medio ambiente y cuyas propiedades originales no han sido modificadas por la actividad humana (Mencias, 2018). Se caracteriza por el contenido de sales minerales, presencia de oligoelementos, recogidas en condiciones que garanticen su pureza bacteriológica (Ruiz, 2018).

Ramos (2020) afirma que se clasifican principalmente en: superficiales, como aguas de lagos, lagunas, pantanos, arroyos con aguas permanentes y/o intermitentes, ríos, nevados y

glaciares; y en subterráneas, en estado líquido o gaseoso que afloran de forma natural o por efecto de métodos artificiales.

Agua residual

Llamadas también aguas servidas, aguas cloacales o aguas negras por el color que habitualmente tienen. (Bermeo et al., 2010). Pueden definirse como las aguas que provienen del sistema de abastecimiento de agua de una población, que han sufrido degradación en su calidad original después de haber sido modificadas por diversos usos en labores domésticas, trabajos agrícolas, ganaderos, industriales, comerciales, entre otros. (Ruiz, 2018).

Generalmente estas aguas son vertidas a cuerpos de agua naturales, sin embargo debido a sus características de calidad requieren de un tratamiento previo ya sea para verterlas en afluentes o para su reutilización en labores que no requieran de agua potable, sino para otras actividades industriales como riego de cultivos, ya que es una solución ante la falta de disponibilidad de agua para dichas actividades. Gamarra (2014), considera que el agua residual contiene significantes cantidades de metales pesados y otras sustancias que pueden ser tóxicos para las personas, pero también contiene nutrientes que pueden ser beneficiosos para cultivos agrícolas. Permitiendo un segundo uso para estas aguas, promoviendo las actividades sustentables en el área agrícola.

Agreda (2015), añade que las aguas residuales se clasifican en:

Aguas residuales urbanas, generadas en los núcleos de población urbana como consecuencia de las actividades propias de éstos, produciendo aguas negras o fecales, aguas de lavado, aguas de limpieza de calles, aguas de lluvia y lixiviados, las cuales constituidas por residuos orgánicos, productos de lavado, teniendo como materias contaminantes a gérmenes patógenos, materia orgánica, grasas y aceites.

Aguas residuales industriales, procedentes cualquier actividad o negocio en cuyo proceso de producción, transformación o manipulación se utilice agua. Son enormemente variables en cuanto a caudal y composición, no solo de una industria a otro, sino también dentro de un mismo tipo de industria. Generalmente esta contiene materia orgánica, metales y sólidos en suspensión.

Aguas residuales agrarias son aquellas que por su naturaleza contiene estiércol, restos de abonos, restos de aditivos por lo que el material contaminante ha de ser sólidos macroscópicos, materias en suspensión y materias disueltas.

Agua potable

Para Guzman et al. (2013) el agua denominada “potable”, debe ser aceptable desde el punto de vista estético, es decir, estar exenta de turbidez, de color y de sabor perceptibles, y debe tener una temperatura razonable. Por esta razón, el agua potable es considerada el agua a la cual se le han variado sus características físicas, químicas y biológicas de forma que quede libre de patógenos y de sustancias tóxicas que pueden provocar riesgo en un individuo; con el propósito de utilizarla en algún uso específico, generalmente doméstico. La calidad del agua tratada depende del uso que se le vaya a asignar. (Toasa, 2012).

Según Simanca et al. (2010), el aumento en la demanda de agua potable se debe al aumento de la población, el rápido desarrollo económico y social, la urbanización acelerada, y las mejoras en el nivel de vida y los ecosistemas circundantes. Por ello, es normalmente garantizada por las autoridades, y su existencia es absolutamente esencial para asegurar la presencia de población en un lugar determinado (Cirelli, 2012).

Agua subterránea

El agua subterránea hace parte del ciclo hidrológico, y es el resultado de la infiltración profunda a través de poros o grietas de sedimentos y rocas del agua proveniente de la precipitación

o de fuentes superficiales interconectadas. De esta forma, el agua puede almacenarse en acuíferos que se constituyen en embalses naturales que puede ser aprovechada por el hombre para satisfacer diversas necesidades, o retornar de forma natural hacia sistemas acuáticos y terrestres interdependientes, cumpliendo una importante función reguladora de las corrientes hídricas o prestando diversos servicios ecosistémicos.

Las aguas subterráneas se encuentran en acuíferos (ver figura), que son formaciones geológicas porosas y permeables, que tienen la capacidad tanto de transmitir (dejar pasar continuamente), como de almacenar aguas subterráneas; esto último favorece su aprovechamiento a través de diferentes tipos de captaciones (aljibes, pozos profundos, adecuación de manantiales, entre otros). (Ministerio de ambiente, sf).

2.2.4 Parámetros de Clasificación del Agua. Con el fin de determinar qué tan pura o que tan contaminada está el agua, es necesario evaluar su calidad mediante la medida de ciertos parámetros en situación real. En algunos casos se clasifican en primarios que se componen los productos químicos orgánicos e inorgánicos, sustancias radioactivas y microorganismos; y secundarios que hacen referencia a aspectos estéticos, como el color, turbidez, olor, sustancias en suspensión, entre otros (Simanca et al., 2010). Aunque generalmente se clasifican en parámetros hidrológicos, físicos, químicos y microbiológicos. (Toasa, 2012).

Parámetros físicos. Son los que definen las características del agua que responden a los sentidos de la vista, el tacto, gusto y olfato. Tienen incidencia sobre las condiciones estéticas, no son índices absolutos de contaminación, algunas veces sus valores pueden variar considerablemente y, por lo tanto, en cada caso se mide la desviación con respecto a la norma (Ruiz, 2018). Tan solo con la determinación de una de estos parámetros se puede conocer el grado

de contaminación y la extensión de la zona afectada. Estos pueden ser sólidos suspendidos, turbiedad, color, olor, sabor y temperatura. (Toasa, 2012).

Parámetros químicos. Toasa (2012), asegura que dadas las propiedades fisicoquímicas del agua, esta se comporta como disolvente tanto de compuestos orgánicos como inorgánicos, ya sean de naturaleza polar o apolar; encontrándose en su composición una gran cantidad de sustancias sólidas, líquidas y gaseosas que modifican sus propiedades; por ello los parámetros químicos toman un papel importante con respecto a la calidad del agua, ya que permiten identificar y cuantificar agentes contaminantes. En esta sección se llevan a cabo parámetros como: iones más importantes, dureza, sólidos suspendidos, salinidad, OD, DQO y DBO5, solo en caso de que el agua no haya recibido vertidos urbanos o industriales; sin embargo si se requiere un grado más detallado de contaminación es necesario incluir otros parámetros tales como fenoles, nitratos, fosfatos, detergentes, metales pesados entre otros. (Ramos, 2020).

Parámetros microbiológicos. Debido a las características fisicoquímicas que presenta del agua hace que sea un hábitat adecuado para que se desarrolle vida en su seno, lo que la convierte en un sistema complejo sobre el que hay que realizar análisis tanto cualitativos como cuantitativos con objeto de conocer el tipo y grado de alteración que ha sufrido, y consecuentemente como se encuentran modificadas sus propiedades para usos posteriores (Toasa, 2012). Por esta razón, se llevan a cabo otro tipo de análisis a nivel microbiológico, los cuales tienen como objetivo principal la utilización de organismos vivos, los cuales representan la actividad biológica del agua y son capaces de reflejar la existencia de compuesto químicos que no se han podido detectar en análisis fisicoquímicos (Ruiz, 2018).

Figura 1.

Tipos de análisis para aguas

| | | |
|------------------------|-----------------------|--|
| HIDROLOGICOS | | caudal, velocidad, mezcla |
| FISICOS | | color, temperatura, turbiedad, olor, sabor |
| QUIMICOS | ESPECIFICOS | Nitrógeno, cloruros, detergentes, fenoles, pesticidas, material orgánico oxidable. |
| | NO ESPECIFICOS | Alcalinidad, pH, conductividad, dureza, oxígeno disuelto |
| MICROBIOLOGICOS | PATOGENOS | Coliformes fecales, virus, vibrio cólera, hepatitis. |
| | NO PATOGENOS | Zooplancton, algas, población mesófila. |

Fuente: Toasa (2012)

Dependiendo el uso que se le vaya a dar al agua luego de los tratamientos mencionados anteriormente, se selecciona cuál es el más adecuado de acuerdo a la función que vaya a cumplir y al área en la que se use, ya sea doméstico, industrial, agropecuario, entre otros.

Figura 2.

Tipos de análisis según el uso del agua.

| | |
|----------------------|---|
| USO DOMÉSTICO | turbiedad, sólidos disueltos, tóxicos, coliformes |
| INDUSTRIAL | sólidos disueltos y en suspensión |
| RIEGO | sólidos disueltos, contenido de sodio |
| RECREO | turbiedad, tóxicos, coliformes |
| VIDA ACUÁTICA | oxígeno disuelto, compuestos organoclorados |

Fuente: Fernández (2013)

Además de saber que análisis desarrollar según el uso a dar al agua, hay que tener en cuenta también el tipo de análisis a trabajar según la proveniencia del agua, con el fin de saber con más exactitud y precisión los resultados en cuanto a contaminación del agua.

2.2.5. Acidez. Para Rice E. et al (2017), la acidez de un agua es su capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte a un pH designado. Por tanto, su valor puede variar significativamente con el pH final utilizado en la valoración. Se puede deber a la presencia entre otros, de dióxido de carbono no combinado, de ácidos minerales o de sales de ácidos fuertes y bases débiles. En muchas aguas naturales, que se usan para propósitos potables, existe un equilibrio entre carbonato, bicarbonato y dióxido de carbono. Los contaminantes ácidos que entran a los abastecimientos de aguas en cantidad suficiente, pueden alterar el equilibrio carbonato - bicarbonato - dióxido de carbono y se pueden estimar por titulación con un álcali valorado a los virajes de pH de 3.7 y 8.3. Los iones hidrogeniones presentes en una muestra de agua como resultado de la disociación o hidrólisis de los solutos reaccionan a la adición de un álcali estándar. Idealmente, el punto final es el punto de equivalencia estequiometría para la neutralización de todos los ácidos presentes. En la titulación de una especie ácida el punto final más exacto se obtiene a partir del punto de inflexión de una curva de titulación aunque para las titulaciones rutinarias de acidez, se puede utilizar como punto final el cambio de color de un indicador.

De acuerdo con Chaparro y Ruiz (2018) Existen tres tipos de acidez: acidez de protones asociada con el pH (una medida de los iones libres de H^+), acidez orgánica asociada con componentes orgánicos disueltos y la acidez mineral asociada con la disolución de metales. Según Reyes (2020) Al hablar de acidez total se puede interpretar o es una equivalente el decir que es el nivel de concentración de iones de hidrógeno libres, cuando estos iones pueden obtenerse a través de un proceso de oxidación e hidrólisis de metales.

La cantidad de acidez encontrada en las aguas, se debe generalmente a la presencia de ácido minerales fuertes (sulfúrico y clorhídrico; y sales de metales de hierro, aluminio y manganeso) y ácidos débiles (CO_2 disuelto en ácido carbónico, ácido tánico y ácido acético). Los ácidos son

responsables de problemas de corrosividad, y altos niveles de acidez hacen referencia a contaminación antropogénica. Los contaminantes atmosféricos provenientes de la quema de combustibles fósiles, como el dióxido de azufre (SO_2) y los óxidos de nitrógeno (NO_x), que se emiten a la atmósfera, se combinan con el agua y el ozono para convertirse en ácido sulfúrico y nítrico (Rice E. et al., 2017).

Fundamento

Según el Standard Methods, los iones de hidrógeno presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de solutos reaccionan con adiciones de álcali estándar. Por lo tanto, la acidez depende del punto final pH en el indicador utilizado. En la titulación de una especie ácida el punto final más exacto se obtiene a partir del punto de inflexión de una curva de titulación aunque para las titulaciones rutinarias de acidez, se puede utilizar como punto final el cambio de color de un indicador como la fenolftaleína o el bromofenol. (Rice E. et al., 2017).

Interferencias

Pueden perderse o ganar gases disueltos, que contribuyen a la acidez, durante la toma de muestras, el almacenaje e incluso la valoración. Es conveniente reducir al mínimo estos efectos, titulando inmediatamente después de abrir el recipiente, protegiendo la muestra de la atmósfera durante la titulación, evitando agitación o mezcla vigorosa y no dejando que alcance una temperatura superior a la de recolección. En muestras coloreadas o turbias puede oscurecerse el cambio de color en el punto final. El cloro residual puede blanquear el indicador, por lo que debe eliminarse añadiendo 1 gota de tiosulfato de sodio 0.1 M previo a la valoración.

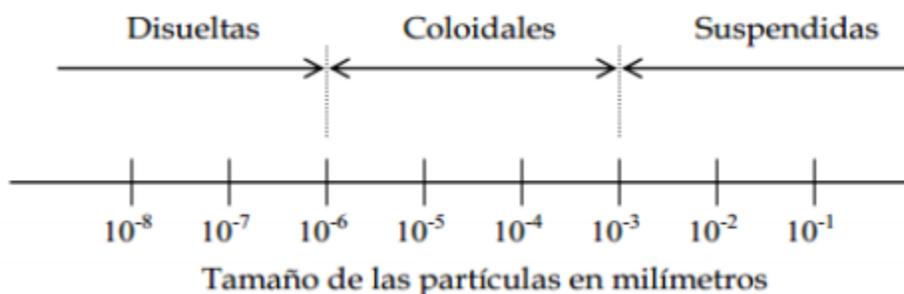
2.2.6. Sólidos. Los sólidos se refieren a la materia suspendida o disuelta en agua potable, superficie, y aguas salinas, así como aguas residuales domésticas e industriales (Mencias, 2018). Las aguas contaminadas con sólidos pueden afectar gravemente su calidad y los efluentes a los que vaya a

dar. Rice E. et al., (2017), afirma que las aguas con alto contenido de sólidos disueltos generalmente pueden inducir una reacción desfavorable en el consumidor. Las aguas con alto contenido de sólidos no son adecuadas para muchas aplicaciones industriales, pueden ser estéticamente insatisfactorias para bañarse u otros fines. En base a esto, es importante la realización de análisis de sólidos a las aguas, con el fin de controlar las cantidades de sólidos presentes, saber qué tratamientos aplicar en esos puntos y examinar si se cumplen los reglamentos de calidad de agua.

De acuerdo con Peñates (2020), los sólidos pueden clasificarse de acuerdo a su tamaño y estado (sólidos en suspensión, sólidos coloidales y sólidos disueltos), por las características químicas (sólidos volátiles y fijos) y por la decantabilidad (sólidos en suspensión sedimentables y no sedimentables). Para el caso de los sólidos en suspensión, sólidos coloidales y sólidos disueltos, estos se clasifican de acuerdo al tamaño mediante el uso de un papel filtro con poros de un tamaño definido, en el cual los sólidos que pasan y se mantienen luego de la evaporación y secado en un horno se definen como sólidos disueltos totales (Ruiz, 2018), mientras que los que quedan retenidos en el filtro se les conoce como sólidos suspendidos totales, finalmente los sólidos coloidales están en una franja de tamaño intermedio entre los suspendidos y los disueltos, pero no es posible separarlos por el simple método de filtrado; por ello, la mayor parte entra en los sólidos disueltos y la restante como sólidos totales en suspensión (Peñates, 2020).

Figura 3.

Tipo de sólidos según el tamaño de la partícula.



Fuente: Martínez (2013)

Los sólidos pueden ser de naturaleza orgánica los cuales están formados por carbón, hidrógeno y oxígeno, que a su vez pueden combinarse con nitrógeno, azufre o fósforo, además gracias a su composición y estructura pueden degradarse con ayuda de microorganismos específicos; también pueden ser de naturaleza inorgánica siendo estos difíciles de degradar debido a que son sustancias inertes como sales minerales disueltas en agua, arenas y aceites (Macías, 2013).

2.2.7. Sólidos Sedimentables. Las partículas presentes en la atmósfera pueden permanecer un tiempo definido, dependiendo de sus características como su composición química, de la humedad atmosférica, así como de la turbulencia y velocidad del viento (Calua, 2018). Estos sólidos pueden originarse ya sea de los desiertos, el envejecimiento animal, las fábricas de cemento, el desgaste de los motores, la quema de basura, la quema de llantas, entre otros. Una vez que llegan a las aguas debido a su capacidad sedimentable quedan en el fondo de las agua o simplemente quedan suspendidas en estas llegando a dificultar la vida de algunos organismos por la turbidez en el medio.

La contaminación provocada por la turbidez hace que la vida para los organismos acuáticos se vea amenazada, además de no dejar que las plantas acuáticas no realicen la fotosíntesis debido

a la obstrucción de la luz por los sólidos. Por otra parte, los sedimentos que se acumulan ocasionan obstrucción de tuberías, canales, y rellenan sitios como lagos o pantanos. (Torres y Lozano, 2017).

Fundamento

Los sólidos sedimentables en aguas superficiales y salinas, así como en desechos domésticos e industriales pueden determinarse e informarse sobre un volumen (ml/L) o un peso (mg/L). Tienen un tamaño de 10μ y se desprenden de la suspensión en un tiempo determinado mediante el uso del cono Imhoff y están constituidos por partículas más densas que el agua (Carrillo, 2021).

Interferencias

Cuando hay presencia de floc biológico o químico, se recomienda emplear el método gravimétrico.

2.4 Marco Contextual

La presente investigación se va a realizar en el laboratorio de aguas de la universidad Francisco de Paula Santander específicamente en la sede campos Elíseos ubicada en el municipio de Los Patios a $7^{\circ}51'17.4''$ latitud norte y $72^{\circ}30'07.1''$ longitud oeste.

Su principal función es permitir el acceso a estudios principalmente a la facultad de las ciencias agrarias y del ambiente, donde se llevan a cabo investigaciones en el ámbito ambiental, microbiológico, biotecnológico y agronómico.

Figura 4,

Ubicación universidad Francisco de Paula Santander sede Campos Elíseos

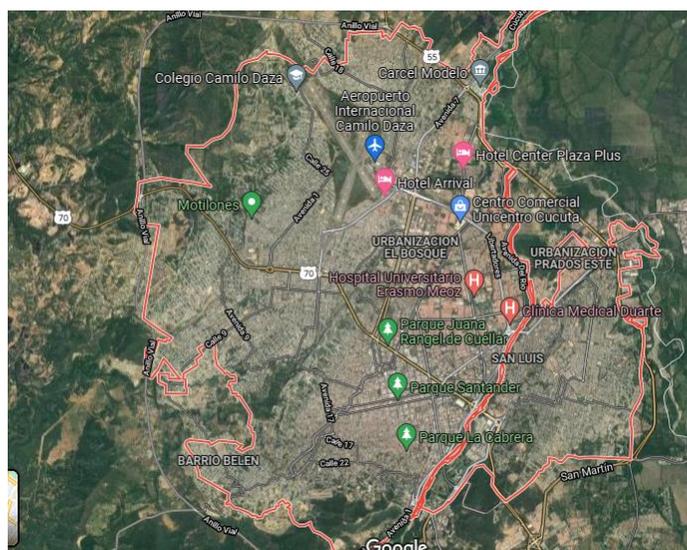


Fuente: Google maps

La recolección de muestras a analizar en el laboratorio se va a realizar en distintos puntos del municipio de Cúcuta, ubicado en el departamento de Norte de Santander, se encuentra en la parte centro oriental del departamento, ubicado en la Cordillera Oriental a los $7^{\circ} 30'$ de latitud norte con respecto al Meridiano de Bogotá y $72^{\circ} 30'$ de longitud al Oeste de Greenwich. Ocupa un área total de 1176 km^2 , su área urbana de 72 km^2 con una temperatura media es 28°C y precipitación media anual es de 1.041 mm .

Figura 5.

Ubicación satelital de la ciudad de Cúcuta



Fuente: Google maps

2.5 Marco Legal

De acuerdo con la constitución política de Colombia de 1991 tiene en cuenta el manejo y la conservación de los recursos naturales y el medio ambiente. Las siguientes normas, leyes, decretos, artículos y resoluciones exponen, garantizan y permiten el control de las sustancias contaminantes que llegan a los cuerpos de aguas como ríos, lagos, lagunas, quebradas, arroyos, etc.

LEYES

Constitución Política de 1991

En primer término en su artículo 1 establece a Colombia como un estado social de derecho fundada en el respeto de la dignidad humana, en el trabajo y la solidaridad de las personas que la integran y en la prevalencia del interés general, de manera consiguiente en su artículo 4 se dictamina esta carta magna como la norma de normas ya que lo establecido en ella goza de supremacía normativa, en el artículo 25 se establece el trabajo como un derecho y una obligación social y goza, en todas sus modalidades, de la especial protección del Estado, de manera conexa en el artículo 48 desarrolla el de la Seguridad Social y establece a esta como un servicio público de carácter obligatorio que se prestará bajo la dirección, coordinación y control del Estado.

Ahora bien, en cuanto a lo que a medio ambiente se refiere de acuerdo con el artículo 8, es obligación del Estado y las personas proteger las riquezas culturales y naturales de la Nación. Por su parte, el artículo 58 establece la función ecológica inherente a la propiedad privada e incluye el respeto por el derecho a un ambiente sano y la protección del ambiente enmarcados en los tratados internacionales; reconociendo como lineamientos fundamentales de manejo en materia ecológica (Art. 9, 94, 226).

En el artículo 79, establece como deber del Estado proteger la diversidad e integridad del ambiente, conservar las áreas de especial importancia ecológica y fomentar la educación para lograr estos fines. En el artículo 80 señala que el Estado debe garantizar el aprovechamiento de los recursos naturales, su conservación, restauración o sustitución, así como cooperar con otras naciones en la protección de los ecosistemas fronterizo, el artículo 88 regula las acciones populares para la protección de los derechos e intereses colectivos entre ellos lo relacionado con los asuntos de salubridad pública y del ambiente entre otras. El artículo 95, en su numeral 8, preceptúa como un deber del ciudadano proteger los recursos culturales y naturales del país y velar por la conservación de un ambiente sano.

El artículo 334, establece la posibilidad por parte del Estado, por intermedio de la ley, intervenir en el aprovechamiento de los recursos naturales y los usos del suelo, con el fin de lograr la preservación del ambiente y el mejoramiento de la calidad de vida de la población. De manera conjunta entre los artículos en los que se establece las competencias y responsabilidades relativas a la prestación de los servicios públicos por parte del estado se encuentran el artículo 365 en el cual se establece la obligación del estado de ejercer control y la vigilancia de servicios públicos, el artículo 366 que consagra el objetivo fundamental de la solución de las necesidades insatisfechas entre ellas la de salud, el saneamiento ambiental y de agua potable, y finalmente el artículo 367 en el cual se fija las competencias y responsabilidades relativas a la prestación de los servicios públicos.

El Código de Recursos Naturales – Decreto- Ley 2811 de 1974

Establece los fundamentos normativos para prevenir y controlar la contaminación del medio ambiente y de los bienes ambientales (Aire, agua y suelo) a través generación de mecanismos para el mejoramiento, la conservación y la restauración de los recursos naturales

renovables, con el propósito de defender la salud y el bienestar de todos los habitantes del Territorio Nacional.

Ley 388 (1997) de Desarrollo Territorial.

Artículo 5, define el ordenamiento del territorio como el “conjunto de acciones político administrativas y de planificación física concertadas, emprendidas por los municipios o distritos y áreas metropolitanas, en ejercicio de la función pública, dentro de los límites fijados por la Constitución y las Leyes, disponer los instrumentos eficientes para orientar el desarrollo del territorio bajo su jurisdicción y regular la utilización, transformación y ocupación del espacio de acuerdo con las estrategias de desarrollo socioeconómico y en armonía con el medio ambiente y las tradiciones históricas y culturales”.

Artículo 7, señala que dichas competencias de las entidades públicas en desarrollo de las función del ordenamiento se desarrollarán dentro de los límites normativos vigentes, y atendiendo los principios de coordinación, concurrencia y subsidiaridad, dentro de la autonomía municipal, determinada por el carácter de prevalencia de las disposiciones dictadas por entidades de mayor ámbito en la compensación territorial. En el Artículo 10 Numeral 1 de esta ley, señala que la elaboración y adopción de los planes de ordenamiento territorial de municipios y distritos deben considerar los lineamientos para el manejo de cuencas hidrográficas expedidas por las CAR´s o la autoridad ambientales, las cuales son determinantes ambientales y se constituyen en normas de jerarquía superior. Por su parte, el Convenio sobre Diversidad Biológica, aprobado por la Ley 165 de 1994 tiene como objetivo la conservación de la diversidad, el uso sostenible de sus componentes y la participación justa y equitativa en los beneficios derivados del uso de recursos.

Ley 99 de 1993

Artículo 5. Funciones del Ministerio.

El Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible tiene entre sus funciones, regular las condiciones generales para el saneamiento del medio ambiente y dictar regulaciones de carácter general tendientes a controlar y reducir la contaminación hídrica en todo el territorio nacional (numerales 2 y 11).

DECRETOS

Decreto 2676 del 22 Diciembre del 2000 del Ministerio de Salud y Ministerio de Ambiente.

Por el cual se reglamenta ambiental y sanitariamente, la gestión integral de los residuos hospitalarios y similares, generados por personas naturales o jurídicas.

Decreto 1640 de 2012

Reglamenta los instrumentos de gestión para la planificación, ordenamiento y manejo de cuencas hidrográficas y acuíferos, a través de la estandarización y homogenización de los procesos mediante los cuales se obtienen información hidrológica para su procesamiento y publicación que permitan realizar pronósticos, toma de decisiones y llevar a cabo actividades primordiales para la conservación y manejo sostenible de las cuencas hidrográficas.

Decreto 4741 de 2005,

Por el cual se reglamenta parcialmente la prevención y el manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral.

Decreto 351 de 2014, del Ministerio de Salud y Protección Social

Por el cual se reglamenta la gestión integral de los residuos generados en la atención en salud y otras actividades

DECRETO 1076 DE 2015

Por medio del cual se expide el Decreto Único Reglamentario del Sector Ambiente y Desarrollo Sostenible. **Artículo 1.1.1.1.1 Objetivo.** El Ministerio de Ambiente y Desarrollo

Sostenible es el rector de la gestión del ambiente y de los recursos naturales renovables, encargado de orientar y regular el ordenamiento ambiental del territorio y de definir las políticas y regulaciones a las que se sujetarán la recuperación, conservación, protección, ordenamiento, manejo, uso y aprovechamiento sostenible de los recursos naturales renovables y del ambiente de la Nación, a fin de asegurar el desarrollo sostenible, sin perjuicio de las funciones asignadas a otros sectores. (SISTEMA UNICO DE INFORMACION , 2015)

DECRETO NÚMERO 1575 DE 2007

Por el cual se establece el Sistema para la Protección y Control de la Calidad del Agua para Consumo Humano.

ARTÍCULO 1º.- OBJETO Y CAMPO DE APLICACIÓN.

Establecer el sistema para la protección y control de la calidad del agua, con el fin de monitorear, prevenir y controlar los riesgos para la salud humana causados por su consumo, exceptuando el agua envasada.

Artículo 79 de la constitución política colombiana.

Todas las personas tienen derecho a gozar de un ambiente sano. La ley garantizará la participación de la comunidad en las decisiones que puedan afectarlo. Es deber del Estado proteger la diversidad e integridad del ambiente, conservar las áreas de especial importancia ecológica y fomentar la educación para el logro de estos fines.

Artículo 80 de la constitución política colombiana.

El Estado planificará el manejo y aprovechamiento de los recursos naturales, para garantizar su desarrollo sostenible, su conservación, restauración o sustitución. Además, deberá prevenir y controlar los factores de deterioro ambiental, imponer las sanciones legales y exigir la

reparación de los daños causados. Así mismo, cooperará con otras naciones en la protección de los ecosistemas situados en las zonas fronterizas.

NORMAS

Norma técnica colombiana 17025 del 2017

Llevar a cabo un proceso extenso de verificación de conformidad a los 125 requisitos estipulados en la norma **NTC17025:2017** “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”.

Estipula que todos los laboratorios que estén certificado bajo esta norma, deben tener completamente validados todos los análisis que estén en condiciones de realizar, con el fin de garantizar unos resultados acorde a normas internacionales.

ISO (Organización Internacional de normalización) y IEC (Comisión Electrotécnica Internacional), participan en el desarrollo de Normas Internaciones a través de comités técnicos establecidos por la organización respectiva, para tratar con campos particulares de actividad técnica (Instituto Colombiano de Normas Técnicas y Certificación [ICONTEC], 2005). Esta norma contempla los requisitos que un laboratorio ensayo y de calibración deben cumplir para evidenciar que cumple con un sistema de gestión de calidad.

NORMAS ISO 9001

ISO 9001 es la regla de estandarización del sistema de control de calidad de las organizaciones internacional.

POLITICAS

Política Nacional para la Gestión Integral del Recurso Hídrico (PNGIRH)

Surge como resultado de una serie de iniciativas del Ministerio de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial (MAVDT) hoy Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible (MADS)

orientadas a establecer las directrices unificadas para el manejo agua a través de la formulación de objetivos, estrategias, metas, indicadores y líneas de acción estratégica para el manejo del recurso hídrico en el país, que permitan resolver la actual problemática del recurso y promover su uso eficiente y preservación para bienestar de las generaciones futuras.

RESOLUCIONES

RESOLUCIÓN 0631 de 2015

Por la cual se establecen los parámetros y los valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales a cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público y se dictan otras disposiciones.

ARTÍCULO 1. OBJETO Y ÁMBITO DE APLICACIÓN.

La presente resolución establece los parámetros y los valores límites máximos permisibles en los vertimientos puntuales a cuerpos de aguas superficiales y a los sistemas de alcantarillado público y se dictan otras disposiciones.

Figura 6.

Valores permisibles de parámetros para aguas RD y RND

| PARÁMETRO | UNIDADES | AGUAS RESIDUALES DOMÉSTICAS (ARD) DE LAS SOLUCIONES INDIVIDUALES DE SANEAMIENTO DE VIVIENDAS UNIFAMILIARES O BIFAMILIARES | AGUAS RESIDUALES DOMÉSTICAS (ARD), Y DE LAS AGUAS RESIDUALES (ARD – ARnD) DE LOS PRESTADORES DEL SERVICIO PÚBLICO DE ALCANTARILLADO A CUERPOS DE AGUAS SUPERFICIALES, CON UNA CARGA MENOR O IGUAL A 625,00 kg/DÍA DBO5 |
|--------------------------------------|----------------|---|--|
| Generales | | | |
| pH | Unidades de pH | 6,00 a 9,00 | 6,00 a 9,00 |
| Demanda Química de Oxígeno (DQO) | mg/L O2 | 200,00 | 180,00 |
| Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO5) | mg/L O2 | | 90,00 |
| Sólidos Suspendidos Totales (SST) | mg/L | 100,00 | 90,00 |
| Sólidos Sedimentables (SSED) | mL/L | 5,00 | 5,00 |
| Grasas y Aceites | mg/L | 20,00 | 20,00 |

Fuente: Ministerio de Ambiente y Desarrollo Sostenible (2015)

RESOLUCIÓN 2115 DE 2007

Por medio de la cual se señalan características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control y vigilancia para la calidad del agua para consumo humano.

De acuerdo a lo anterior, se puede concluir que esta normativa se aplica a dichos métodos ya que consiente en recolectar información que ayuda a tomar decisiones que permitan mitigar, controlar, prevenir y sancionar la contaminación que se generan en las fuentes hídricas que causan afectaciones al medio ambiente y a la salud.

3. Diseño Metodológico

3.1 Tipo de Investigación

Descriptiva: Es descriptiva porque en este tipo de investigación se logra caracterizar un objeto de estudio, en este caso se estudian diferentes tipos de aguas, se describen las características y las condiciones iniciales de las muestras para luego realizar los métodos de análisis.

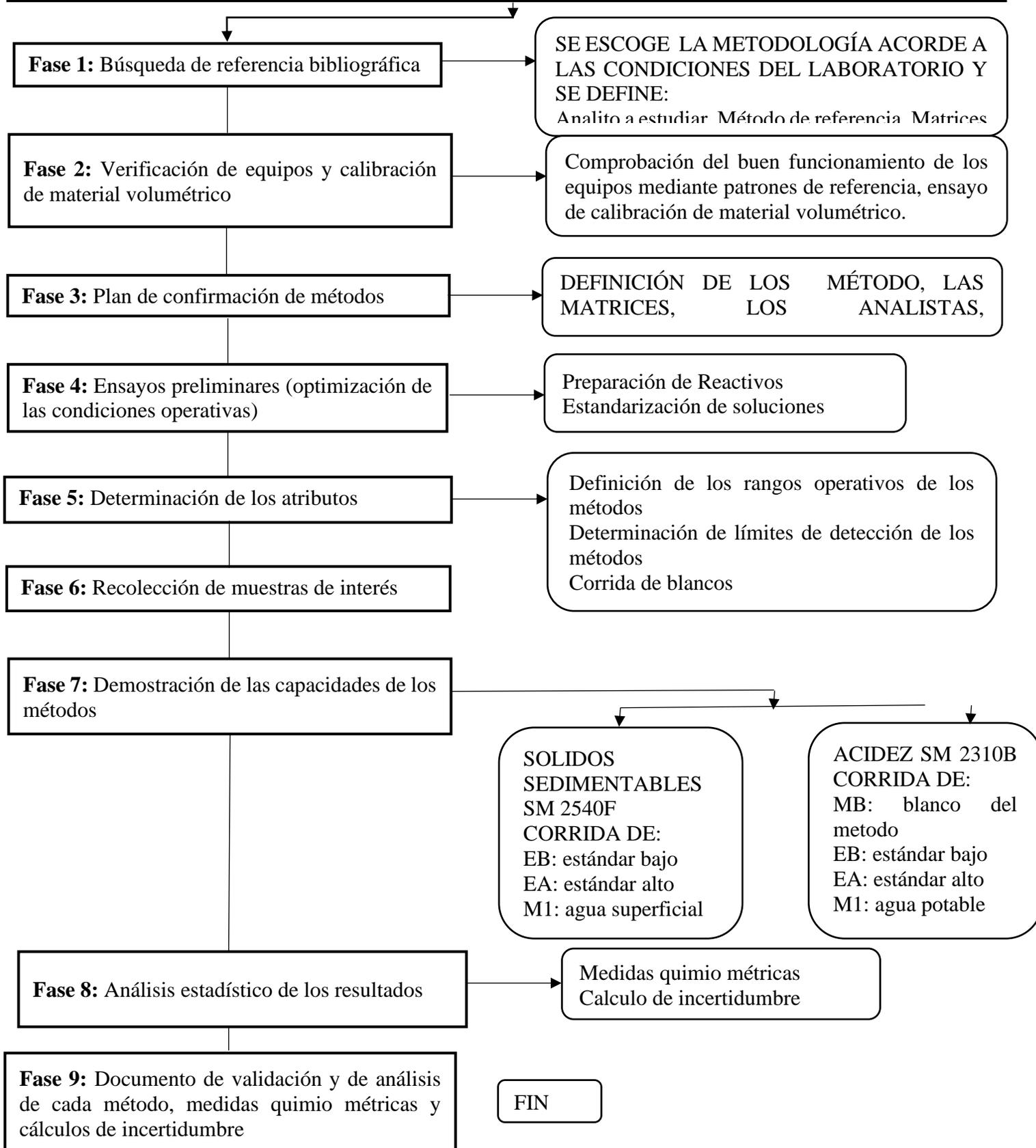
Documental: Es documental ya que en este tipo de investigación se apoya en fuentes de carácter documental tales como las obtenidas a través de fuentes bibliográficas la cual se basa en la consulta de libros, en este caso, la investigación se basa en el libro Standard Methods, Edición 23.

3.2 Población y Muestra

3.2.1 Población. La población objeto que se desea estudiar en el presente trabajo son las aguas superficiales, residual doméstica, residual industrial, subterráneas y potable encontradas en el municipio de Cúcuta, ubicado en el departamento de Norte de Santander.

3.2.2 Muestra. El tipo de muestra a estudiar son los parámetros de confirmación en los métodos sólidos sedimentables y acidez (2310B) según el Standard Methods Edición 23 tales como límite de detección, límite de cuantificación, precisión, exactitud e incertidumbre. Todos estos llevados a cabo con las muestras de agua recolectadas de distintos puntos de la ciudad

Implementación de los métodos de ensayo de sólidos sedimentables SM 2540F, acidez SM 2310B según los métodos normalizados del Standard Methods Edición 23/2017 para el Laboratorio de aguas Campos Elíseos-UFPS.



3.3 Etapas a Cumplir en el Desarrollo del Proyecto

Fase 1: Búsqueda de referencia bibliográfica

Para la búsqueda de referencia bibliográfica se utilizó la estipulada en el libro de Standard Methods edición 23, en la cual se escogió el método acorde a las condiciones del laboratorio en cuanto a equipos y reactivos que requiere el análisis.

También se realizó una revisión en la plataforma de Google académico y bases de datos como Scielo en búsqueda de artículos relacionados y los parámetros para validar dicho método.

Fase 2: Verificación de equipos y calibración de material volumétrico

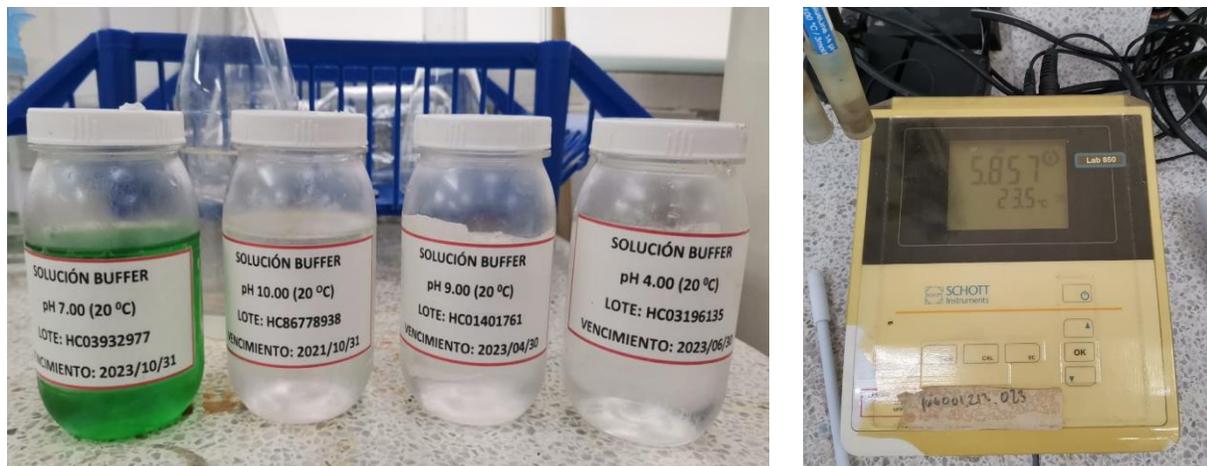
Se realizó un listado de los equipos requeridos para cada método de ensayo así como también de los reactivos, material de referencia y material de vidriería.

Verificación de equipos

Calibración de los equipos: Se denomina calibración al conjunto de operaciones que establecen, en unas condiciones especificadas, la relación existente entre los valores indicados por un instrumento o los valores representados por una medida materializada, y los correspondientes valores conocidos de una magnitud medida (Yepes, 2016). Para comprobar la verificación de los equipos, el laboratorio cuenta con documentos que hacen constar que los equipos fueron calibrados por una entidad autorizada para realizar esta clase de procedimientos. Entre los equipos revisados están la balanza analítica, el horno, las buretas, la plancha de calentamiento, el agitador magnético. En cuanto al PH-metro, se realiza todos los días un procedimiento para su calibración, donde se utilizan los siguiente Buffers de pH (4, 7, 9, 10), se oprime CAL en el PH-metro y se pasan cada uno de los Buffers. Según los cuales pida el pH-metro, al final del proceso el equipo indica la pendiente, la cual según su manual debe estar entre 86 y 100%.

Figura 7.

pH-metro y Buffers de (4, 7, 9, 10)



Fuente: elaboración propia basada en la información del laboratorio de aguas UFPS

Se realizó una calibración al material de vidriería, una por cada tipo de material de los cuales se revisó 1 bureta 50ml, 1 balón de 250 ml, 1 pipeta 5 ml, 10 ml, 100ml.

Verificación del material volumétrico:

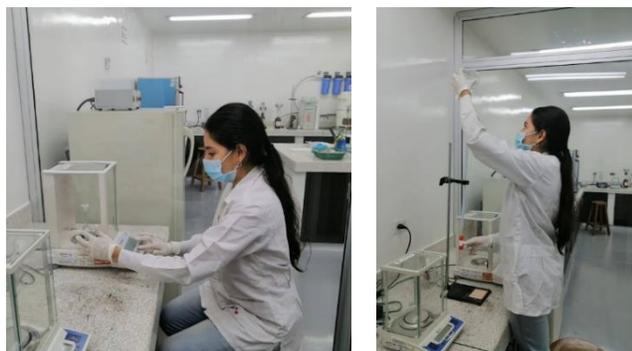
La verificación del material de vidriería efectuada consta de una por cada tipo de material:

Bureta, balón de 1000ml, pipeta 5 ml, 10 ml, 100ml se realizaron los siguientes pasos:

- ✓ Se midió la temperatura ambiente
- ✓ Se taró la balanza y se pesó el material volumétrico vacío
- ✓ Se llenó el material volumétrico con agua destilada
- ✓ Se pesó en la balanza y se registró el peso

Figura 8.

Verificación de material volumétrico



Fuente: Por el autor del proyecto

Evaluación de rendimiento: Antes de analizar muestras, es importante evaluar el rendimiento de los nuevos equipos para asegurarse de que están funcionando correctamente con respecto a la exactitud y la precisión.

Fase 3: Plan de confirmación de métodos

- Se realizó una reunión con equipo operativo del laboratorio (Director técnico, líder de calidad, analistas del laboratorio y tesista) con el fin de definir cuáles serían las matrices de interés para cada ensayo y la persona que apoyarían el proceso de confirmación de los métodos.

Figura 9.

Equipo operativo del laboratorio de aguas UFPS



- Se desarrolló un documento con los protocolos de análisis correspondientes para cada uno de los métodos de ensayo a verificar de acuerdo con los controles de calidad.
- Se diseñó los formatos correspondientes para las capturas de datos de los análisis de sólidos sedimentables y acidez total, tanto para análisis y validación.
- Se realizaron los formatos de captura de datos para estandarización de soluciones para acidez total.

Fase 4: Ensayos preliminares (optimización de las condiciones operativas)

Se efectuó la verificación de los reactivos necesarios para cada método de ensayo según lo establecido en el método de referencia, y se prepararon las soluciones según lo estipulado en cada uno, las cuales fueron estandarizadas y registrado los datos en los formatos del laboratorio para estandarización de soluciones y preparación de reactivos.

Reactivos para el método de sólidos sedimentables SM 2540B

Arena de río: Se tamizó arena de río en un tamiz de 32 mesh y simultáneamente se lavó con agua potable, y se recogió la arena que pasa por el tamiz descartando las aguas de lavado sobrenadantes, se repitió el lavado 10 veces más para asegurar que todos los sólidos disueltos se eliminaron durante este proceso. Se secó la arena tamizada en un horno a 150°C durante tres horas.

Figura 10.

Tamizaje de arena de río



Reactivos para el método de Acidez SM 2310-A

Agua destilada libre de CO₂: Se utilizó agua destilada fresca, y se sometió a calentamiento hasta ebullición cubriendo con un vidrio reloj durante 15 minutos, se dejó enfriar a temperatura ambiente bajo una atmósfera en lo posible libre de CO₂, se le verificó la conductividad y el pH.

Figura 11.

Agua destilada libre de CO₂



Solución estándar de Hidrógeno Ftalato de Potasio (KHC₈H₄O₄) 0,05N: Se Pulverizó 15 gramos de Hidrógeno Ftalato de Potasio estándar primario (± 100 mesh) y se secó a 120°C aproximadamente por 2 horas, se dejó enfriar en un desecador, pesar 10g \pm 0,5g, se realizó el aforo de la solución en un balón de 1 litro y se almacenó en un recipiente de vidrio ámbar.

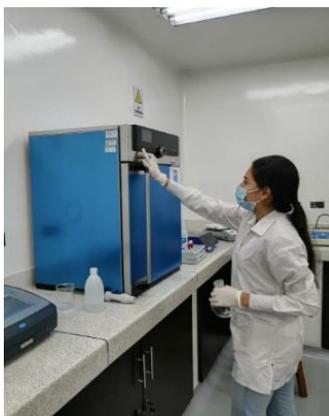
Figura 12.

Triturado de Hidrógeno Ftalato de Potasio



Figura 13.

Secado de Hidrógeno Ftalato de Potasio a 120°C durante dos horas

**Figura 14.**

Enfriado en el desecador del Hidrógeno Ftalato de Potasio

**Figura 15.**

Reactivo del Hidrógeno Ftalato de Potasio estandarizado



Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N: Se pesó 4 g de Hidróxido de Sodio, se disolvió con agua destilada y se aforó a 1 litro se almacenó en un frasco de vidrio. Se estandarizó esta solución titulando 25 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y agregando 50 mL de agua libre de CO₂ (se le agregó 3 gotas de fenolftaleína) hasta pH 8,3, es decir, hasta que la fenolftaleína viró de color. Se almacenó en un frasco de vidrio ámbar y se rotuló. Se estandarizó esta solución cada vez que se a realizaron análisis

Figura 16.

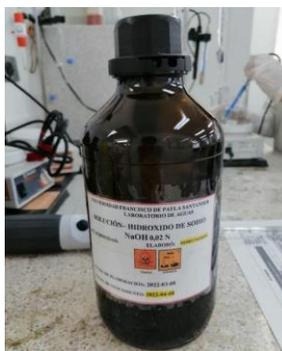
Preparación de solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N.



Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,02 N: Se diluyó 200 mL de solución de NaOH 0,1N y se aforó a 1 litro. Se estandarizó esta solución titulando 7 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y se agregó 50 mL de agua libre de CO₂ (se le agregó 3 gotas de fenolftaleína) hasta pH 8,3. , es decir, hasta que la fenolftaleína viró de color. Se almacenó en un frasco de vidrio ámbar y se rotuló. Se estandarizó esta solución cada vez que se a realizaron análisis.

Figura 17.

Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0.02 N



Solución de carbonato de sodio aproximadamente 0,05N: Se secó de 3 a 5 g de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) estándar primario a 250°C por 4 horas y se dejó enfriar en el desecador. Se pesó aproximadamente $2,5 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$, se transfirieron a un balón aforado de 1 L y se diluyó hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución. De manera alternativa y para disminuir el consumo de reactivos se puede pesar aproximadamente 0,66g de carbonato de sodio y transferirlos a un balón de 250ml y diluir hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución.

Ácido sulfúrico 0,1 N: Se midió 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado del 95% al 97% y se aforó con agua destilada a 1 L. Se almacenó en un frasco de vidrio ámbar y se rotuló.

Ácido sulfúrico 0,025 N: Se diluyó 250 mL de ácido sulfúrico 0,1N con agua destilada y aforó a 1 litro. Se estandarizó ésta solución de la siguiente manera: En un vaso de precipitados se colocó 15 mL de la solución de Carbonato de Sodio 0,05N y 60 mL de agua, se tituló potenciométricamente esta solución con el ácido sulfúrico hasta que alcanzó un pH cercano a 5, se retiró el electrodo, se enjuagó con agua en el mismo vaso, se calentó a ebullición por 3 a 5 minutos tapando el vaso con un vidrio de reloj, se dejó enfriar a temperatura ambiente, se enjuagó la superficie interna del vidrio de reloj con agua destilada y se continuó la titulación hasta pH 4,5. Se registró el valor de volumen total gastado y se realizaron los cálculos para saber la concentración real de la solución. Se almacenó en un frasco de vidrio ámbar y se rotuló.

Figura 18.

Solución de ácido sulfúrico 0,025 N



Fase 5: Determinación de los atributos de los métodos de acidez y sólidos sedimentables

Definición de los rangos operativos de los métodos: Se efectuaron ensayos con el fin de definir El rango de trabajo corresponde a las concentraciones (máxima y mínima) que presenta una precisión y exactitud adecuada para el desempeño del método. El rango de aplicación corresponde a las concentraciones que incluye la concentración más alta analizada y se encuentre con una precisión y exactitud adecuada dentro del rango de trabajo. Se realizaron alrededor de 7 corridas con diferentes concentraciones de las cuales se evaluó las más estables para cada método.

Figura 19.

Definición de los rangos operativos de los métodos



Determinación de límites de detección de los métodos: Se realizaron 7 corridas con diferentes concentración establecidas que produce una señal suficientemente más grande que la del blanco y que puede ser detectada dentro de los límites especificados por el laboratorio de análisis durante condiciones operacionales de rutina. El menor contenido mensurable que permite cuantificar el analito con un grado razonable de exactitud y precisión.

Corrida de blancos: Se analizó 7 blancos los cuales se corrieron con los patrones para la determinación del límite de detección del método los blancos se prepararon con agua destilada producida en el laboratorio, en el saco del método de acidez total se colocó a ebullición por un periodo de 15 minutos, cumpliendo con los criterios de pH mayor a 6 unidades y de conductividad menor o igual a 2 mhos/cm ($2 \mu\text{S/cm}$) más todos los reactivos indicados en el procedimiento.

Figura 20.

Corrida de blancos



Fase 6: Recolección de muestras de interés

Figura 21.

Recolección de muestra de agua industrial y superficial



Figura 22.

Transporte de las muestra



Figura 23.

Almacenamiento de las muestras



Se recolectaron muestras de interés para el laboratorio de aguas de la UFPS, agua superficial, residual doméstica, residual industrial, potable y subterránea. Las cuales se les realizó el proceso de muestreo para muestras puntuales, como lo recomienda el laboratorio, así como el transporte y almacenamiento, en las cuales se tuvieron en cuenta la refrigeración de las muestras y el almacenamiento una vez llagan al laboratorio, para los análisis realizados estas muestras no requirieron conservación química.

Fase 7: Demostración de las capacidades de los métodos

Plan De Corrida

Se realizaron 10 análisis por duplicado, obteniendo un total de 20 datos según los controles analíticos que aplica el Standard Methods para cada análisis. A continuación se realiza la descripción para cada método:

Solidos sedimentables SM 2540F

Lote básico de muestras analizadas por corrida:

EB: estándar bajo

EA: estándar alto

M1: agua superficial

M2: agua subterránea

M3: agua residual domestica

M4: agua residual industrial

Procedimiento de análisis de los lotes

1. En su propio frasco, se dejó que la muestra alcance la temperatura ambiente del laboratorio.

Se mezcló bien la muestra por agitación.

2. Se llenó el cono Imhoff, evitando verter la muestra por las paredes del cono, hasta la marca de 1 L y se dejó sedimentar por 45 minutos.

Figura 24.

Llenado del cono Imhoff con la muestra

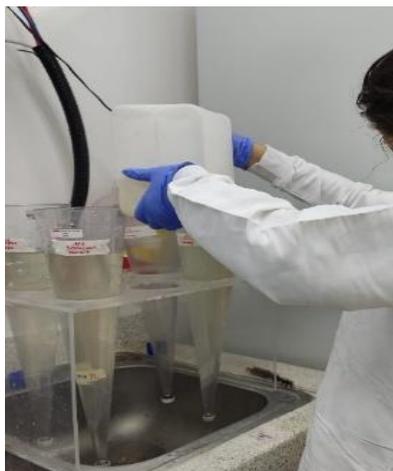


Figura 25.

Muestra sedimentada durante 45 minutos



3. Se removió suavemente las paredes del cono con una varilla agitadora y se dejó sedimentar nuevamente por 15 minutos más.

Figura 26.

Muestra de sólidos sedimentables agitada durante 15 minutos



4. Se anotó el volumen de sólidos sedimentables como mL/L

Figura 27.

Sólidos sedimentados en el cono Imhoff



Acidez total SM 2310B:

Lote básico de muestras analizadas por corrida:

MB: Blanco del método

EB: Estándar bajo

EA: Estándar alto

M1: Agua potable

M2: Agua superficial

M3: Agua residual domestica

M4: Agua residual industrial

M5: Agua subterránea

Procedimiento de análisis de los lotes

Preparación de los estándares de control

Solución estándar de control de 10 mg CaCO_3/L : Se pesó 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Se transfirió el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y se diluyó hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.

Solución estándar de control de 1800 mg CaCO_3/L : Se secó 7,3453 g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Se transfirió el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y se diluyó hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.

Titulación de las muestras

Se ajustó la temperatura de la muestra a la temperatura ambiente. Se identificaron las muestras a analiza.

Se midió exactamente 100 mL de muestra y se transfirieron a un vaso de precipitados de 250 mL, previamente enjuagado con una porción de la muestra, se cubrió el vaso con papel vinipel transparente para minimizar la interacción de la muestra con la atmosfera, se determinó el valor del pH inicial, si era menor de 4,0, se tituló adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta un pH de 8,3, se agitó suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.

Si el valor de pH de la muestra fue mayor de 4,0, se agregó ácido sulfúrico 0,02 N en incrementos de 5 mL hasta que el pH fue $\leq 4,0$, se registró en el documento de datos de análisis de acidez el valor del volumen adicionado de ácido sulfúrico. Se titula adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta obtener un pH de 8,3, se agitó suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.

Fase 8: Análisis estadístico de los resultados

Medidas quimiométricas: Para la evaluación del LDM (Límite de Detección del Método el estándar), LDC (Límite de Cuantificación del Método), blanco y estándares se realiza un análisis estadístico presentan Desviación Estándar, Coeficiente de Variación y Error Relativo los cuales el laboratorio ya cuenta con un formato de Excel para dichos cálculos.

Metodología aplicada para el cálculo: La estimación de la incertidumbre de la medición se realiza a partir de la información obtenida durante el proceso de estandarización del método analítico en el laboratorio se realiza en una base de datos que el laboratorio tiene estipulada para el cálculo de la incertidumbre.

Esta metodología se fundamenta en la estimación global del aporte de las fuentes aleatorias y de las fuentes sistemáticas a la incertidumbre total; la cuantificación de los aportes globales se realiza a través de la mejor estimación de toda la precisión entre análisis (Estudio de precisión) y de todo el sesgo del método (Estudio de veracidad y verificación de la trazabilidad) respectivamente. Una fuente de incertidumbre se considera de origen “sistemática” (error sistemático) si el error es fijo en el contexto experimental y “aleatoria” en caso contrario, es decir el error nos es fijo en el contexto experimental.

El estudio de precisión se realizó con los resultados de las muestras analizadas en los lotes durante el proceso de confirmación del método. Los análisis se realizaron en el laboratorio por los analistas.

Consideraciones generales establecidas para la estimación de la incertidumbre: Las siguientes son las consideraciones generales utilizadas por el laboratorio para realizar la estimación de la incertidumbre con el propósito de generalizar los cálculos:

Se considera que el ensayo se realiza aplicando fuentes conceptuales claramente definidas, aplicando modelos matemáticos con variables adecuadamente juzgadas y correlaciones estimadas técnicamente.

El estudio de confirmación en el laboratorio se realiza aplicando el método analítico de rutina.

Los resultados obtenidos del proceso de confirmación y utilizados para estimar la incertidumbre en la medición cubren completamente el método analítico (matriz y rango de concentraciones representativos).

3.4 Instrumentos

Con el fin de obtener la información necesaria para poder llevar a cabo el proyecto bajo la modalidad de trabajo dirigido, se utilizaron fuentes secundarias en las cuales se encuentra información acerca del tema como son: bases de datos de la biblioteca de la universidad (NCBI, DOAJ, Redalyc), libros; tesis doctorales, de grado y de maestría; artículos de investigación y de revisión encontrados en las bases de datos mencionadas y en buscadores como Google Académico.

4. Resultados y Discusiones

Los resultados y análisis se presentan a partir de la fase 1, para los métodos de sólidos sedimentables y acidez total en su respectivo orden.

Fase 1: Búsqueda de referencia bibliográfica

Como parte del procedimiento de confirmación, se hace necesario alinear los métodos establecidos en la normatividad internacional y los entes acreditadores, el cual consiste en estandarizar la metodología y lograr un proceso con un alto nivel de confiabilidad, lo que permite al laboratorio contribuir al proceso de mejora continua y la acreditación del laboratorio, en el cuadro siguiente se evidencian los documentos utilizados para la verificación de los métodos a validados.

Tabla 2.

Documentos para estandarización de métodos.

| PRUEBA | MÉTODO DE ENSAYO |
|------------------------------|---------------------------|
| SOLIDOS SEDIMENTABLES | STANDARD METHODS SM 2540F |
| ACIDEZ | STANDARD METHODS SM 2310B |

Fuente: elaboración propia basado en STANDARD METHODS. [En línea]. [Consultado el 11/06/2022]. Disponible en <https://www.standardmethods.org/>

Con base en esta revisión bibliográfica, se realizó la estandarización de la metodología de los dos métodos, la cual consistió en la elaboración de los documentos los cuales fueron redactados con base en las normatividad internacional, con el objetivo de tener resultados confiables.

Fase 2: Verificación de equipos y calibración de material volumétrico.

1. Se realizó un listado de los equipos necesarios para el de ensayo así como también del material volumétrico y de reactivos necesarios.

LISTADO DE EQUIPOS

Los equipos empleados en el análisis de sólidos sedimentables y acidez total se describen en el siguiente cuadro con su respectiva imagen, adicionalmente se realizó una revisión metrológica de los mismos para asegurar la confiabilidad de los resultados obtenidos en la confirmación.

Tabla 3.

Listado de equipos utilizados en ambos métodos

| EQUIPO | IMAGEN | ESPECIFICACIONES | ULTIMA FECHA DE CALIBRACIÓN |
|--|---|--|------------------------------------|
| EQUIPOS UTILIZADOS PARA LOS METODOS SM 2540F Y SM 2310B | | | |
| Balanza analítica PRECISA XB 220 A |  | Con precisión de 0,0001gr, código del equipo LA09. | 2021-05-06 |
| Balanza analítica RADWAG |  | Modelo AS 310.RS PLUS, con división de escala 0,0001g, código del equipo LA 79. | 2021-08-11 |
| Balanza analítica BOECO |  | Resolución 0,0001g, código del equipo LA 08. | 2021-05-06 |
| Horno Secado Electrónico, MEMMERT |  | Rango de temperatura de 50 a 300°C, y código del equipo LA56 | 2021-05-07 |
| Nevera POLO NORTE TI-07R |  | Rango de temperatura 4-12°C, N° inventario 166501.165.066, código del equipo LA02. | 2021-05-07 |

| | | | |
|--|---|--|---------------------------------------|
| Sistema de ósmosis inversa PURE-PRO RO-132 |  | Agua desionizada, código del equipo LA10, N° inventario 160011399.002.200 y serial 25003980. | 2021-05-04 APLICA MANTENIMIENTO |
| Sistema de Purificación Filtración Pure Pro |  | | 2021-05-04 APLICA MANTENIMIENTO |
| Agitador magnético Heidolph MR Hei-Mix S |  | Código del equipo LA21. | 2021-05-04 APLICA MANTENIMIENTO |
| Desecador grande |  | Código del equipo LA73. | NO APLICA |
| Desecador pequeño |  | Código del equipo LA74. | NO APLICA |
| Reloj cronómetro. |  | | NO APLICA |
| EQUIPOS UTILIZADOS PARA EL METODO SM 2310B | | | |
| Plancha de calentamiento y agitación |  | Código del equipo LA29 inventario 166001.024 | 2021-05-04 APLICA MANTENIMIENTO |

| | | | |
|--|---|---|--|
| <p>pH metro</p> |  | <p>pH metro potencio métrico SCHOTT Lab 850</p> | <p>2021-05-04 APLICA MANTENIMIEN O</p> |
| <p>Plancha de calentamiento de vitroceramica, marca SCHOOT,</p> |  | <p>Modelo SLK2, serial 902755 y código del equipo LA30 Placa calefactora de vitrocerámica Calentamiento</p> | <p>2021-05-04 APLICA MANTENIMIEN O</p> |

Fuente: elaboración propia basada en la información del laboratorio de aguas UFPS.

LISTADO DE MATERIAL VOLUMÉTRICO

Los materiales necesarios para la medición de solidos sedimentables y acidez total deben estar en condiciones óptimas para su uso, libres de rayones y sin ningún residuo de impurezas o suciedad que pueda afectar los resultados.

Tabla 4.

Listado de material volumétrico

| INSTRUMENTO | IMAGEN | ESPECIFICACIONES |
|---|---|---|
| MATERIALES USADOS PARA LOS METODOS SM 2540F Y SM 2310B | | |
| Balones aforados clase A |  | Marca: Duran Material: vidrio clase A Capacidad: 1000 +/- 0,04 ml |
| Balones aforados clase A |  | Marca: MARIENFELD Material: vidrio clase A Capacidad: 500 +/- 0,06 ml |
| Vaso precipitado |  | Marca: SIMAX Material: vidrio clase B Capacidad: 100ml |
| Probetas |  | Marca: LMS (ALE) Material: vidrio clase A Capacidad: 100 ml +/- 1 ml |
| Frasco lavador |  | Marca: ARTILAB Material: plástico Capacidad: 100 ml +/- 1 ml |
| Frasco de polietileno o vidrio con un mínimo de capacidad de 1 litro con tapa. |  | Marca: Nikko Material: vidrio |

Espátula



Material: metal y plástico

METODO SM 2540F

Cono de sedimentación tipo imhoff



Marca: ARTILAB

Material: acrílico

Base para conos imhoff



Marca: INDUSTER

Material: acrílico

Agitador largo de vidrio o plástico



Material: vidrio

METODO SM 2310B

**Bureta de 50 ml EX + 30s
Glassco clase A**



Marca: Glassco

Material: vidrio clase A

Capacidad: 50 ml

Erlenmeyer de 250 ml

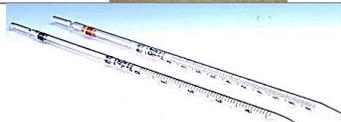


Marca: SIMAX

Material: vidrio

Capacidad: 250 ml

Pipeta graduada



Marca: Brand

Material: vidrio

Capacidad: 5ml

Fuente: elaboración propia basada en la información del laboratorio de aguas UFPS

LISTADO DE REACTIVOS

A continuación, se muestran los reactivos utilizados para la ejecución de sólidos sedimentables y acidez total, estos reactivos se encuentran certificados para garantizar la validez de los resultados.

Cabe resaltar que para el método de sólidos sedimentables no se dispone de reactivos certificados y el método de referencia no lo exige.

Tabla 5.*Listado de reactivos*

| REACTIVO | FÓRMULA QUÍMICA | PROVEEDOR |
|---|---|-----------------------------|
| METODO SM 2540F | | |
| Agua des-ionizada | H ₂ O | Producida en el laboratorio |
| Arena de río | No aplica | No aplica |
| METODO SM 2310B | | |
| Agua destilada libre de CO ₂ : | H ₂ O | Producida en el laboratorio |
| Hidrógeno Ftalato de Potasio | (KHC ₈ H ₄ O ₄) | MERCK |
| Hidróxido de Sodio | (NaOH) | MERCK |
| Ácido sulfúrico | | MERCK |
| Peróxido de Hidrogeno | (H ₂ O ₂) | MERCK |
| Solución estándar de control CaCO ₃ /L | CaCO ₃ /L | MERCK |
| Patrón de referencia | pH 4 | MOLLABS |
| Patrón de referencia | pH 7 | MOLLABS |
| Patrón de referencia | pH 9 | MOLLABS |
| Patrón de referencia | pH 10 | MOLLABS |
| Patrón de referencia 0,01 M | KCl | MOLLABS |
| Patrón de referencia 0,3 M | KCl | MOLLABS |

Fuente: Elaboración propia basada en el listado de reactivos del laboratorio de aguas UFPS.

Resultados de la calibración de material volumétrico

En el anexo 1 se muestra los formatos de recolección de datos tomadas por cada material de vidriería verificado, en el cuadro 6 se observa los resultados obtenidos la relación del material revisado y se especifica el tipo de material, el volumen nominal, el volumen promedio, la desviación estándar y si cumple tolerancia y desviación.

Tabla 6.

Listado de calibración del material volumétrico

| TIPO DE MATERIAL | VOLUMEN NOMINAL | VOLUMEN PROMEDIO | DEV. ESTANDAR | CUMPLE TOLERANCIA | CUMPLE DESVIACIÓN |
|------------------|-----------------|------------------|---------------|-------------------|-------------------|
| Bureta de vidrio | 50ml | 49,9788 | 0,29080665 | si | si |
| Balón aforado | 250ml | 249,1484 | 0,1162107 | si | si |
| Pipeta | 5 ml | 4,93759 | 0,02268062 | si | si |
| Pipeta | 10 ml | 9,9197 | 0,02122257 | si | si |
| Pipeta | 100ml | 99,76234 | 0,042820638 | si | si |

Fuente: elaboración propia basada en la información del laboratorio de aguas UFPS

Resultados de la calibración del pH-metro: Se realizó un control diario al pH-metro esta acción fue registrada en el formato FO-EX-LA-15 con el cual cuenta el laboratorio para llevar el registro de verificación del equipo. Esta actividad de ajuste del equipo se realizó antes de iniciar la lectura de cada lote de análisis y periódicamente durante la ejecución de las mediciones, para tener en cuenta siempre el efecto de la temperatura, las mediciones de pH siempre se realizan a la temperatura de las muestras la cual corresponde a la temperatura del lugar en donde se encuentran. La finalidad de esta verificación del equipo es garantizar la trazabilidad de las mediciones y asegurar que durante las actividades rutinarias se obtengan resultados cuyos valores sean veraces, es decir, que sean lo más cercanos posible al valor considerado como correcto o verdadero, es necesario realizar el “ajuste” del equipo (Disminución del error en la medición) utilizando

soluciones buffer de pH conocido y con trazabilidad demostrada que se encuentren a la misma temperatura de las muestras.

Con base en lo anterior, la calibración del equipo medidor de pH es una condición que no se puede mantener en el tiempo, es decir, el error y la incertidumbre determinados en una calibración no se pueden mantener por periodos largos de tiempo porque siempre es necesario ajustar el equipo para realizar las mediciones a las condiciones en que se encuentra la muestra.

Figura 28.

Formato FO-EXLA-15 control del pH-metro

| EXTENSIÓN | | CÓDIGO | | FO-EX-LA-15 | | | | | | | | |
|---------------------------------|-------|---------------------|--------|---------------------|-----------------------------|------|-------------------------|-----------|------------------------------|-------------|---------------|------------------------|
| CONTROL DE pH METRO | | | | VERSIÓN | 03 | | | | | | | |
| ELABORÓ | | REVISÓ | | FECHA | 17/06/2019 | | | | | | | |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | PÁGINA | 1 de 1 | | | | | | | |
| | | | | APROBÓ | Lider de Calidad | | | | | | | |
| EQUIPO: <i>pH-metro lab 850</i> | | | | CÓDIGO: <i>1A20</i> | | | | | | | | |
| FECHA | HORA | BUFFER | # LOTE | FECHA DE VERIFICADO | LECTURA REAL DE LOS BUFFERS | | VALORES DE VERIFICACION | | LECTURA FINAL DE LOS BUFFERS | RESPONSABLE | OBSERVACIONES | V° B° DIRECTOR TECNICO |
| | | | | | T°C | pH | PUNTO CERO | PENDIENTE | | | | |
| 2021-07-23 | 9:30 | 4,00 | HC031 | 23-06-30 | 20,1 | 3,99 | — | — | 4,00 | CA | | |
| 2021-07-23 | 9:35 | 7,00 | HC031 | 23-10-31 | 20,1 | 6,92 | — | — | 7,00 | CA | | |
| 2021-07-23 | 9:40 | 9,00 | HC014 | 23-04-30 | 20,1 | 8,89 | — | — | 9,00 | CA | | |
| 2021-07-23 | 10:00 | 4,00 | HC031 | 23-06-30 | 20,1 | 4,00 | — | — | 4,00 | CA | | |
| 2021-07-23 | 10:05 | 7,00 | HC031 | 23-10-31 | 20,1 | 7,00 | — | — | 7,00 | CA | | |
| 2021-07-23 | 10:10 | 9,00 | HC014 | 23-04-30 | 20,1 | 9,01 | — | — | 9,00 | CA | | |
| 2021-07-24 | 8:20 | 4,00 | HC031 | 23-06-30 | 20,1 | 4,00 | — | — | 4,00 | CA | | |

Fuente: Formato propio del laboratorio de aguas UFPS

Figura 29.

Soluciones buffer certificadas

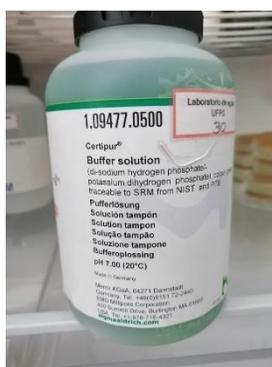
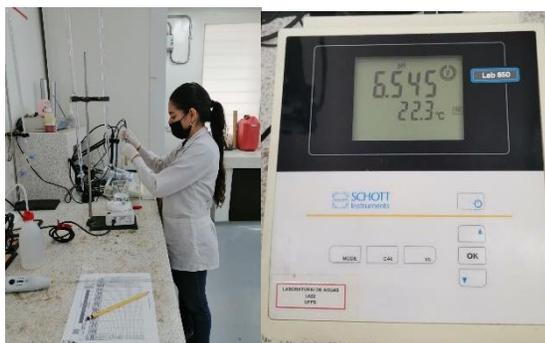


Figura 30.

Verificación del equipo medidor de pH



Fase 3: Plan de confirmación de métodos

Matrices de interés por métodos

En el tabla 7 se relacionan las matrices de interés por método así como también los puntos de toma de muestras, este tipo de muestras se acordaron con el equipo operativo de laboratorio.

Tabla 7.

Matrices de interés para cada método

| METODO SM 2540F SÓLIDOS SEDIMENTABLES | |
|--|--|
| MATRIZ DE INTERÉS | PUNTO DE TOMA DE MUESTRA O COORDENADAS |
| Agua superficial | Rio pamplonita |
| Agua subterránea | Pozo del complejo campos elíseos UFPS |
| Agua residual domestica | Se tomó en el vertimiento del barrio Belisario |
| Agua residual industrial | Empresa de curtiembres Cúcuta vía al salado |
| METODO SM 2310B ACIDEZ TOTAL | |
| Agua potable | Grifo del laboratorio de aguas UFPS |
| Agua superficial | Rio pamplonita |
| Agua residual domestica | Se tomó en el vertimiento del barrio Belisario |
| Agua residual industrial | Empresa de curtiembres Cúcuta vía al salado |
| Agua subterránea | Pozo del complejo campos elíseos UFPS |

- Se dejó al laboratorio de aguas los procedimientos de análisis y de validación para solidos sedimentables y acidez total ver anexo 2 y 3.

- Se le entrego un formato de registro de análisis y de validación para los métodos de sólidos sedimentables y acidez total ver anexo 4.

Fase 4: Ensayos preliminares (optimización de las condiciones operativas)

Estandarización de soluciones

En el cuadro 8 se relacionan los resultados obtenidos en el proceso de estandarización de cada solución y el número de veces que se realizó el proceso, la estandarización de soluciones solo aplica para el método de acidez total.

Se diseñó en formato de estandarización de soluciones para el método de acidez en el cual se llevó el registro durante el proceso de confirmación ver anexo 5.

Tabla 8.

Cálculos tenidos en cuenta para realizar la estandarización

| Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N | | |
|---|---------------------------------|----------------------|
| NUMERO DE MEDICIONES | FECHA DE ESTANDARIZACIÓN | CONCENTRACIÓN |
| 1 | 2022-03-16 | 0,153 |
| Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,02 N | | |
| 1 | 2022-03-14 | 0,020 |
| 2 | 2022-03-15 | 0,020 |
| 3 | 2022-03-16 | 0,020 |
| 4 | 2022-03-17 | 0,020 |
| 5 | 2022-03-18 | 0,019 |
| Ácido sulfúrico 0,025 N | | |
| 1 | 2022-03-14 | 0,025 |
| 2 | 2022-03-15 | 0,025 |
| 3 | 2022-03-16 | 0,025 |
| 4 | 2022-03-17 | 0,025 |
| 5 | 2022-03-18 | 0,025 |

ESTANDARIZACIÓN DEL HIDROXIDO DE SODIO

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{A \times B}{204,22 * C}$$

Dónde:

N_{NaOH} = Normalidad del Hidróxido de Sodio

A = Peso en g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ por litro.

B = mL de Solución $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ tomados para la titulación

C = mL de Solución de NaOH gastados en la titulación

ESTANDARIZACIÓN DEL ACIDO SULFURICO

$$N_{\text{ácido}} = \frac{Ax B}{53,00 \times V \times V_{\text{Sln}}}$$

Dónde:

$N_{\text{ácido}}$ = Normalidad de la solución de Ácido Sulfúrico.

A = Peso en gramos de Carbonato de Sodio.

B = Volumen de solución de Carbonato de Sodio tomados para la titulación, en mL

V_{Sln} = Volumen de la solución de Carbonato de Sodio preparada, en litros.

V = Volumen de solución de Ácido Sulfúrico gastada en la titulación, en mL.

53,00 = Peso equivalente del carbonato de sodio, en gramos.

Fase 5: Determinación de los atributos de los métodos

SÓLIDOS SEDIMENTABLES METODO SM 2540F

Definición del intervalo de aplicación del método.

Se realizaron ensayos con Estándares, estos se analizaron con el fin de obtener la concentración ideal que permita definir los límites de cuantificación y máximo de detección.

Se realizó con arena de río, la cual se tamizó utilizando un tamiz de 32 mesh y simultáneamente se lavó con agua potable, se recogió la arena que paso por el tamiz descartando las aguas de lavado sobrenadantes, se repitió el lavado 10 veces más para asegurar que todos los sólidos suspendidos se eliminen durante este proceso, se secó la arena tamizada en un horno a 105 °C durante tres horas y se llevó al desecador hasta su enfriamiento, se realizó un nuevo tamizaje.

- **Solución de control de 0,1ml/L:** Se pesó entre 0,1680 y 0,1686gramos de arena tamizada, se transfirió la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y se completó el aforo con agua destilada.
- **Solución control de 100ml/L:** Se pesó entre 140,8518 y 140,8523 gramos de arena, se transfirió la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y se completó con agua destilada.

Definición de los límites del método

Se definieron los límites de la confirmación del método; mediante la realización de la siguiente corrida de estándares.

Tabla 9.

Ensayo Individuales límites del método

| REPETICIÓN | MB | LFB 0,1 ml/l | LFB 100 ml/l |
|------------|----|--------------|--------------|
| 1 | NA | 0,0 | 104 |
| 2 | NA | 0,1 | 97 |
| 3 | NA | 0,1 | 97 |
| 4 | NA | 0,1 | 101 |
| 5 | NA | 0,2 | 104 |
| 6 | NA | 0,1 | 103 |
| 7 | NA | 0,1 | 104 |
| 8 | NA | 0,1 | 101 |
| 9 | NA | 0,1 | 100 |
| 10 | NA | 0,1 | 100 |
| LDC | | | 0,1 |
| LMC | | | 100 |

En la tabla 9 se muestra las 10 corridas realizadas con el estándar de 0,1 y 100 ml/L estos valores de trabajo fueron propuestos por el equipo operativo del laboratorio, según su experiencia de trajo estos valores son adecuados para las muestras que llegan al laboratorio, por lo cual se realizaron las 10 lecturas con el fin de conocer la estabilidad de dichos rangos de trabajo, y también para conocer si el método produce resultados proporcionales en estos intervalos. Se determinó con estas corridas el límite de cuantificación del método (LDC), que es la concentración de analito que cuando se procesa a través del método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco, en este caso para este método no aplica blanco.

ACIDEZ TOTAL METODO SM 2310B

Definición del intervalo de aplicación del método, este requisito hace parte del proceso que estable el estándar método para la confirmación de métodos:

Determinación del LDM del método.

Para la Determinación de LDM Límite de Detección del Método el estándar analizado de concentración baja se acepta si los resultados experimentales presentan Desviación Estándar, Coeficiente de Variación y Error Relativo entre 10 y 20%.

Para la Determinación del LDC Límite de Cuantificación del Método el estándar analizado de concentración baja se acepta si los resultados experimentales presentan Desviación Estándar, Coeficiente de Variación y Error Relativo menor al 10%.

De acuerdo con la sección “5020 Quality assurance/quality control” del Standard Methods Ed 23, se debe determinar el LDM y rango operacional.

Calcular el LDC mediante las expresiones:

Calcule la desviación estándar de muestra estimada, s_s , de las 7 repeticiones, y multiplique por 3.14 para calcular los MDL s . Calcule MDL_b (MDL basado en blancos de método) utilizando el siguiente procedimiento.

Si ninguno de los métodos en blanco da un resultado numérico (positivo o negativo), entonces MDL_b no es aplicable, y $MDL = MDL_s$. Si algunos dan resultados numéricos, entonces MDL_b es igual al resultado en blanco del método más alto. Si todos los espacios en blanco del método dan resultados numéricos, calcule MDL_b como:

$$MDL_b = \bar{X} + 3,14S_b$$

Dónde:

\bar{X} = media de los resultados en blanco (establecer valores negativos en 0), y

S_b = desviación estándar de los resultados en blanco.

El MDL entonces es igual a lo que sea mayor: MDL_s o MDL_b

Si usa más de 7 réplicas, ajuste el valor t de 3.14 usando las tablas t de Student con $tn - 1$ grados de libertad.

El procedimiento dice que cuando el blanco de un numero positivo se escoge entonces el MDL que sea igual o mayor entre MDL_s o MDL_b

La determinación del límite de detección y cuantificación se realiza mediante el cálculo de la desviación estándar del blanco de reactivo, los resultados se muestran en la tabla 10.

Tabla 10.

Definición LDM

| N° de mediciones | Blanco | 2mg/l | 3mg/l |
|------------------|--------|-------|-------|
| 1 | 1,5 | 1 | 2,5 |
| 2 | 1,3 | 2 | 3,9 |
| 3 | 1,3 | 3 | 3,3 |
| 4 | 1,3 | 3,3 | 3 |
| 5 | 1,9 | 3,1 | 3,7 |

| | | | |
|---------------|-------------|-------------|-------------|
| 6 | 1 | 3,3 | 2,6 |
| 7 | 0,3 | 4,8 | 3 |
| promedio | 1,383333333 | 2,616666667 | 3,166666667 |
| Des. Estándar | 0,492322001 | 1,182813434 | 0,525538273 |
| cv | 35,58954222 | 45,20306116 | 16,59594546 |
| LDM | 2,929224416 | 6,330700849 | 4,816856843 |

En la tabla 10 se muestran los ensayos realizados para definir el límite de detección del método (**LDM**), los cuales se definieron a partir del blanco del método y dos patrones más, uno de 2 y otro de 3 mg/l, a los cuales se les realizó una corrida de 7 lecturas con estos valores se definió el LDM a partir del blanco 2,929224416 mg/l, la mayoría de criterios coinciden en que el límite de detección se define a partir de la más pequeña cantidad detectable por encima del ruido de un procedimiento y dentro de un límite declarado de aceptación ; este último se establece de modo que las probabilidades de que se presenten errores de tipo 1 (falsos positivos) y 2 (falsos negativos) sean razonablemente pequeñas. La práctica común identifica varios límites de detección, cada uno con un propósito definido, pero para fines prácticos se tomara el LDM como la concentración mínima que puede ser medida con una exactitud y una precisión aceptable, determinadas como criterios de calidad para el laboratorio de aguas de la UFPS.

Definición del intervalo de aplicación del método

Para la determinación del LRM se realizaron 7 corridas con concentraciones de 5 mg/l, 8 mg/l y 10 mg/l la meta para el LRM es de 50 a 150 % de recuperación (sección 5020 B.9) del Standard Methods Ed 23 .

Estándar bajo de 5 mg/l : Pesar 0,0204g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Estándar bajo de 6 mg/l : Pesar 0,0245g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Estándar bajo de 10 mg/l : Pesar 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Tabla 11.

Medidas individuales para hallar el LRM

| N° de mediciones | 5 mg/l | 6mg/l | 10mg/l |
|------------------|--------|--------|--------|
| 1 | 5,9 | 6,6 | 9,7 |
| 2 | 4,8 | 7 | 10 |
| 3 | 5,4 | 6,3 | 10 |
| 4 | 5,2 | 6,5 | 10,3 |
| 5 | 5,1 | 6,6 | 10,4 |
| 6 | 5,5 | 7 | 10 |
| 7 | 5,9 | 6,5 | 9,9 |
| Promedio | 5,4 | 6,6 | 10,043 |
| Desv. estandar | 0,41 | 0,26 | 0,24 |
| CV (%) | 7,56 | 3,97 | 2,36 |
| Valor Esperado | 5,00 | 6,00 | 10 |
| % Error relativo | 8,00 | 10,71 | 0,43 |
| Exactitud | 92,00 | 89,29 | 99,57 |
| % Recuperación | 108,00 | 110,71 | 100,43 |

Con base en la información indicada en la tabla anterior, se puede establecer que el límite de reporte mínima para el método de acidez, es el estándar de 10mg/l ya sus medidas presentaron valores más estables, y que cumple con las metas establecidas como: desviación estándar menor al 10%, coeficiente de variación de 2,36 y porcentaje de recuperación del 100,43%.

Determinación de la concentración máxima

Se realizaron 7 lecturas con los siguientes patrones con el fin de definir la máxima concentración de interés del método.

Tabla 12.

Determinación de la máxima concentración del método.

| N° de mediciones | 800 mg/l | 1000mg/l | 1800 mg/l |
|-------------------------|-----------------|-----------------|------------------|
| 1 | 804 | 1009 | 1810 |
| 2 | 744 | 998 | 1800 |
| 3 | 840 | 992 | 1808 |
| 4 | 782 | 980 | 1820 |
| 5 | 833 | 1004 | 1800 |
| 6 | 818 | 996 | 1802 |
| 7 | 839 | 940 | 1810 |
| Promedio | 808,6 | 988,429 | 1.807,1 |
| Desv. Estándar | 35,35 | 23,25 | 7,2 |
| CV (%) | 4,37 | 2,35 | 0,4 |
| Valor Esperado | 800,00 | 1.000 | 1.800 |
| % Error relativo | 1,07 | - 1,16 | 0 |
| Exactitud | 98,93 | 101,16 | 100 |
| % Recuperación | 101,07 | 98,84 | 100 |

Se estable como la máxima concentración del método el estándar de 1800mg/l, ya que es más estable y presenta valores como: desviación estándar menor al 10%, coeficiente de variación de 0,4 y porcentaje de recuperación del 100%. Las otras dos concentraciones de 800 y de 1000mg/l también presentan resultados aceptables pero por se escogió la del 1800 por ser una concentración, la cual le permite al método detectar en un rango más alto.

Fase 6: Recolección de muestras de interés

Solidos sedimentables: Se realizó un muestreo puntual durante 15 días en tres diferentes lugares con el fin de recolectar muestras de agua superficial, residual doméstica, residual industrial y subterránea. Para esto se necesitó de un recipiente de plástico con tapa y previamente lavado con

detergente, enjuagado con agua de la llave, con agua destilada o de des ionizada. Se tomó un total de veinte muestras por cada tipo de agua y se realizaron los análisis de solidos sedimentables.

Figura 31.

Toma de muestra de agua superficial para analisis de solidos sedimentables



Figura 32.

Muestra de agua superficial para solidos sedimentables



Acidez total:

Se realizó un muestreo puntual durante un periodo de tiempo y se recolectaron tipos de agua de cinco diferentes lugares (agua superficial, agua residual domestica, agua residual industrial, agua potable y agua subterranea). Estas muestras se recolectaron en un recipiente de vidrio con tapa. Debido a que las muestra pueden estar sujetas a la perdida o ganancia de CO₂ se tuvo que analizar de forma inmediata.

Figura 33.

Toma de muestra de agua subterránea para analisis de acidez

**Figura 34.**

Muestras de agua residual industrial y agua residual domestica para análisis de acidez



Fase 7: Demostración de las capacidades de los métodos

PLAN DE CORRIDA

Método de solidos sedimentables:

Se analizaron durante 5 días las siguientes muestras:

LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)

(M1) agua superficial.

(M2) agua subterránea

(M3) agua residual domestica

(M4) agua residual industrial

Para cada muestra se efectuaron 10 lecturas por duplicado, obteniendo un total de 20 datos para cada patrón, según los controles analíticos que aplica el laboratorio. Las muestras fueron recolectadas de acuerdo a la toma de muestras y fueron preservadas a una temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$, hasta su análisis, en la tabla siguiente se muestran las corridas tanto para el estándar bajo como para el estándar alto, y las mediciones realizadas para cada uno.

Tabla 13.

Resultados de mediciones Químio-métricas

| Nº de mediciones | MB | LFB 0,1 | LFB 100 |
|------------------|-------|---------|---------|
| 1 | - | 0,1 | 101 |
| 2 | - | 0,1 | 104 |
| 3 | - | 0,1 | 97 |
| 4 | - | 0,1 | 97 |
| 5 | - | 0,1 | 101 |
| 6 | - | 0,1 | 104 |
| 7 | - | 0,1 | 103 |
| 8 | - | 0,1 | 97 |
| 9 | - | 0,1 | 104 |
| 10 | - | 0,1 | 98 |
| 11 | - | 0,1 | 105 |
| 12 | - | 0,1 | 95 |
| 13 | - | 0,1 | 104 |
| 14 | - | 0,1 | 104 |
| 15 | - | 0,1 | 103 |
| 16 | - | 0,1 | 98 |
| 17 | - | 0,1 | 106 |
| 18 | - | 0,1 | 103 |
| 19 | - | 0,1 | 100 |
| 20 | - | 0,1 | 105 |
| Promedio | 0,0 | 0,100 | 101,5 |
| Desv. Estándar | 0,000 | 0,00 | 3,3 |
| CV (%) | ----- | 0,00 | 3,3 |
| Valor Esperado | NA | 0 | 100 |
| % Error relativo | | 0,00 | 1 |

| Nº de mediciones | MB | LFB 0,1 | LFB 100 |
|-------------------------|-----------|----------------|----------------|
| Exactitud | NA | 100,00 | 99 |
| % Recuperación | NA | 100,00 | 101 |
| Mínimo | - | 0,10 | 95 |
| Máximo | - | 0,10 | 106 |
| Número de datos | 20 | 20 | 20 |

Para el rechazo de datos se usa la prueba estadística T, en donde para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hace necesario el rechazo de ningún dato con un límite de confiabilidad del 95%.

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 0,1 mL/L y 100 mL/L así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable.

Se realizó una gráfica de control del método para el parámetro de muestras duplicadas (%RPD) las cuales se calcularon a partir de los 40 datos obtenidos en el proceso de confirmación del método, las cuales fueron realizadas con las muestras y duplicado de muestras, este control de calidad es esencial para asegurar la precisión del método, se determinan factores como:

Límite de control el cual al momento de ejecutar el análisis y procesar la muestra duplicada en la gráfica nos indica: si la medición excede el límite de control, se repite el análisis inmediatamente. Si la repetición está dentro del límite de control, se continúa con el análisis; si el siguiente punto excede el límite de control, se debe detener el análisis y corregir el problema.

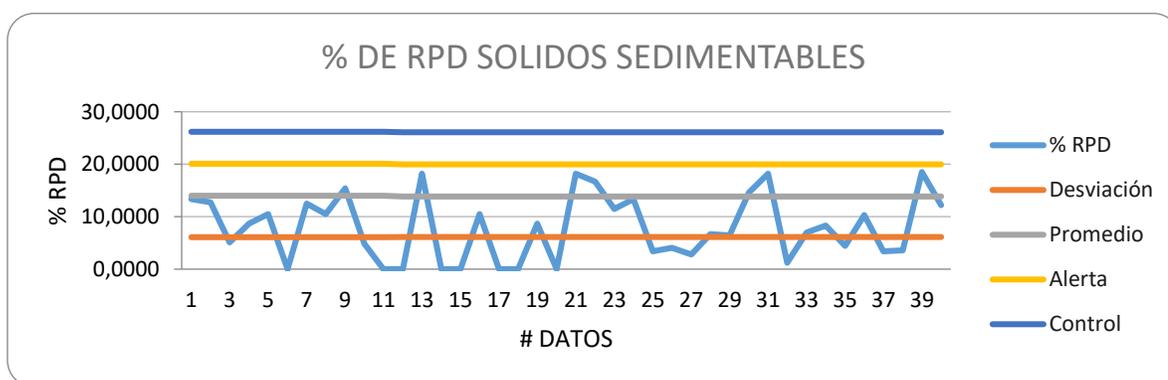
Límite de alerta: Si dos de tres puntos sucesivos exceden un LA, analizar otra muestra. Si el siguiente es menor que el LA, continuar el análisis; si el siguiente punto excede el LA, discontinuar el análisis y corregir el problema.

Desviación Estándar: Si cuatro de cinco sucesivos puntos exceden 1s, o están en orden creciente o decreciente, analizar otra muestra, si el siguiente punto es menor de 1s, o cambia de orden, continuar el análisis; de otra manera, discontinuar el análisis y corregir el problema.

Promedio: Si seis muestras sucesivas están por encima de la línea central, analizar otra muestra. Si el siguiente punto está por debajo de la línea central, continuar el análisis; si el siguiente punto esta del mismo lado, discontinuar el análisis y corregir el problema.

Gráfica 1.

Carta control para el porcentaje de recuperación de las muestras duplicadas para solidos sedimentables



Los valores escogidos para hallar el RPD salen de los datos de confirmación, los cuales se presentan en la tabla 5, los valores presentados no sobrepasan el 20% por lo cual se escoge un porcentaje de RPD <20%.

PLAN DE CORRIDA

Método de acidez total

Se realizaron 10 análisis por duplicado, obteniendo un total de 20 datos según los controles analíticos que aplica el laboratorio.

MB (Blanco de reactivos)

LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)

M1 (Muestra de agua potable)

M2 (Muestra de agua superficial)

M3 (Muestra de agua residual domestica)

M4 (Muestra de agua residual industrial)

M5 (Muestra de agua subterránea)

DM (Duplicado de la muestra)

En la tabla siguiente se muestran los datos tanto para el blanco del método como para el estándar bajo de 10 mg/l y para el estándar alto de 1800mg/l a los cuales se les realizaron 20 corridas y se determinaron factores como: Promedio, Desv. Estándar, CV (%), Valor Esperado, % Error relativo, Exactitud, % Recuperación , estos valores obtenidos permiten definir la precisión del método, en el cuadro siguiente se aprecian estos valores.

Tabla 14.

Resultados de Mediciones Químico-métricas

| No / Muestra | MB | LFB 10,0 | LFB 1800 |
|--------------|------|----------|----------|
| 1 | 1,50 | 11,000 | 1.810 |
| 2 | 1,30 | 12,000 | 1.790 |
| 3 | 1,30 | 9,200 | 1.800 |
| 4 | 1,30 | 9,000 | 1.770 |
| 5 | 1,30 | 9,400 | 1.820 |
| 6 | 2,30 | 10,000 | 1.780 |
| 7 | 3,30 | 12,000 | 1.830 |
| 8 | 1,30 | 11,00 | 1.800 |
| 9 | 0,30 | 9,000 | 1.820 |
| 10 | 2,30 | 9,100 | 1.810 |
| 11 | 2,30 | 9,300 | 1.820 |
| 12 | 4,30 | 9,000 | 1.780 |
| 13 | 5,30 | 9,000 | 1.800 |
| 14 | 0,30 | 9,500 | 1.790 |
| 15 | 0,30 | 9,600 | 1.820 |
| 16 | 1,30 | 9,700 | 1.800 |
| 17 | 6,30 | 9,000 | 1.820 |
| 18 | 5,30 | 8,900 | 1.810 |

| No / Muestra | MB | LFB 10,0 | LFB 1800 |
|------------------|-------|----------|----------|
| 19 | 2,30 | 8,700 | 1.790 |
| 20 | 2,50 | 8,800 | 1.830 |
| Promedio | 2,3 | 9,660 | 1.804,5 |
| Desv. estandar | 1,742 | 1,02 | 17,3 |
| CV (%) | 75,10 | 10,58 | 1,0 |
| Valor Esperado | NA | 10 | 1.800 |
| % Error relativo | | - 3,40 | 0 |
| Exactitud | NA | 103,40 | 100 |
| % Recuperación | NA | 96,60 | 100 |
| Mínimo | 0,30 | 8,70 | 1.770 |
| Máximo | 6,30 | 12,00 | 1.830 |
| Número de datos | 20 | 20 | 20 |

Para el rechazo de datos se usa la prueba estadística T, en donde para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hace necesario el rechazo de ningún dato con un límite de confiabilidad del 95%.

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 10,00 mg/l y 1800 mg/l así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable.

El coeficiente de variación se encuentra menor al 20% lo que indica que se encuentra dentro de los rangos de aceptación.

En la gráfica siguiente se expresan los límites determinados para control, alerta, promedio, desviación estándar y %RPD para el método de acidez total.

Se determinó a partir de los 40 datos obtenidos en las corridas los cálculos realizados fueron los siguientes:

Límite de control: se determina a partir de la desviación estándar y sumándole la alerta.

Límite de alerta: se determina a partir de la desviación y sumando el promedio de las corridas.

Promedio: suma de los valores obtenidos y dividido entre el número de datos

Desviación estándar: La fórmula de la desviación estándar (DE) es:

$$DE = \sqrt{\frac{\sum |x - \mu|^2}{N}}$$

Donde \sum significa "suma de", x es un valor de un conjunto de datos, μ es la media del conjunto de datos y N es el número de datos.

Los cálculos tenidos en cuenta para determinar el %RPD son:

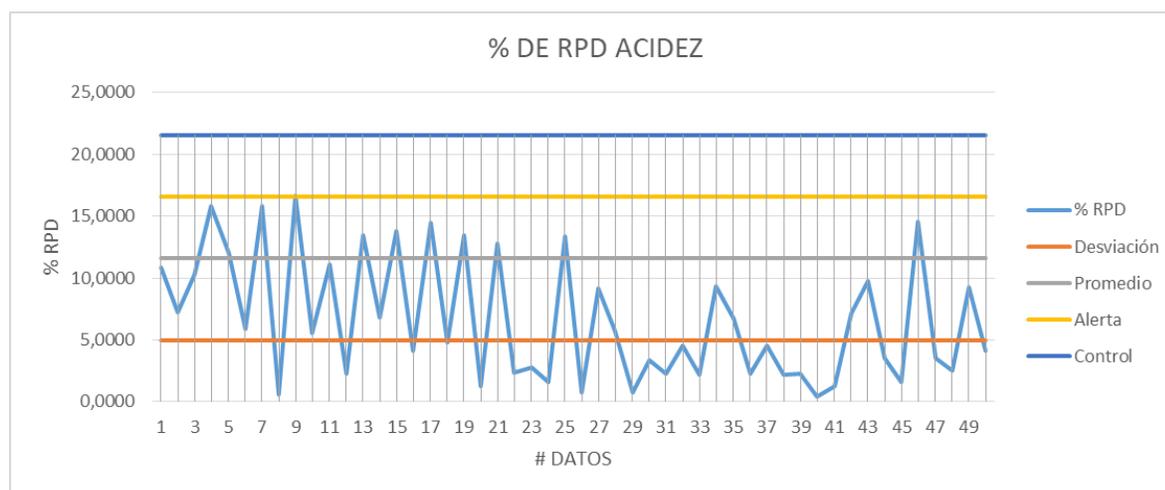
$$\text{Diferencia porcentual Relativa (\%RPD)} = \frac{(D1-D2)}{(D1+D2)/2} \times 100$$

D1: Determinación del duplicado 1

D2: determinación del duplicado 2

Gráfica 2.

Carta control para el porcentaje de recuperación de las muestras duplicadas método de acidez total.



Fase 8: Análisis estadístico de los resultados

Cálculos y análisis de resultados método de sólidos sedimentables

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 0,1 mL/L y 100 mL/L así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable. Agua superficial, agua subterránea, agua residual doméstica y agua residual industrial.

Resumen del desempeño analítico

La confirmación del método SM 2540F, para muestras de agua superficial, subterránea y residual que llegan al laboratorio de aguas queda con la metodología establecida de acuerdo a las siguientes condiciones de trabajo:

Tabla 15.

Resumen de los límites del método SM

| CONDICIONES INICIALES DE TRABAJO | | | | |
|--|---|--|---|------------------|
| VOLUMEN DE MUESTRAS | TIEMPO MÁXIMO DE ALMACENAMIENTO | TIEMPO DE SEDIMENTACIÓN DE LA MUESTRAS | AGITACIÓN DE LA MUESTRAS | REPOSAR DURANTE |
| 1 litro | 7 días Pero se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a la recolección | 45 minutos | Se realiza en forma circular y cerca de las paredes internas. | 15 minutos |
| INTERVALO DE MEDICION DEL METODO | | | | |
| Intervalo de Medición del método | | 0,1 – 100 mL/L | | |
| Límite de Cuantificación del método | | 0,1 mL/L | | |
| Límite de Máximo de Detección del método | | 100 mL/L | | |
| INDICE DE CAPACIDAD DEL METODO | | | | |
| ALERTA SUPERIOR | ALERTA INFERIOR | CONTROL SUPERIOR | | CONTROL INFERIOR |
| 105,57 | 95,9 | 108 | | 93,5 |
| CONTROLES PARA DUPLICADOS DE MUESTRAS DEMD | | | | |
| Desviación | Promedio | Alerta | Control | |
| 6,0948 | 13,9956 | 20,0904 | 26,1852 | |
| CONTROLES DE CALIDAD ANALITICA DEL METODO | | | | |
| MB | | Por lote | | |
| LFB | | Por lote | | |
| MREF | | No Aplica | | |
| LFM | | No Aplica | | |
| MD | | Por lote %RPD | | |
| LFMD | | No Aplica | | |
| MDL Y MRL | | No Aplica | | |
| CARTA CONTROL | | LFB MD | | |

Rechazo de datos dudosos

Para el rechazo de datos se usa la PRUEBA ESTADÍSTICA T. En donde si T calculada es mayor que T de la tabla de valores críticos T para rechazo de datos, el dato se puede rechazar (para n mediciones y un nivel de confiabilidad de un 95%).

Para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hizo necesario el rechazo de ningún dato.

Metodología para calcular la incertidumbre.

La metodología que se utilizó para determinar el cálculo de incertidumbre se describe en la Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI EX LA 09. La cual es propia del laboratorio y hace parte de los documentos que no son divulgados. A continuación se presenta la gráfica de las matrices utilizadas para la determinación del cálculo de la incertidumbre con el método de la repetitividad para solidos sedimentables.

Gráfica 3.

Cuantificación global de las fuentes de incertidumbre de SM



| | | | | |
|---------------|-----------|--------|----|--------------------------|
| INCERTIDUMBRE | EXPANDIDA | MÉTODO | DE | U _E : ± 0,817 |
| REPETITIVIDAD | | | | |

Cálculo Y Análisis De Resultados método de acidez total:

Durante el proceso de confirmación se manejaron estándares de concentraciones de 10mg/l y de 18000mg/L de Ftalato acido de potasio, obteniendo resultados con relación al criterio de exactitud, la precisión y porcentaje de recuperación del método, para cada uno de los diferentes estándares trabajados siendo idónea para el método.

La exactitud expresada en términos de error y la precisión expresada como coeficiente de variación para los diferentes estándares, así como también el porcentaje de recuperación de estándares y muestra duplicados, se encuentran dentro de los lineamientos de calidad establecidos.

Resumen Del Desempeños Analítico

La confirmación del método SM 2310-A, para muestras de agua de Subterráneas, Superficiales y Residuales domestica e industrial que llegan al laboratorio de aguas queda con la metodología establecida de acuerdo a las siguientes condiciones de trabajo:

Tabla 16.

Resumen de los límites del método de acidez

| Condiciones Iniciales De Trabajo | | |
|--|----------------------------|-----------------|
| Solución titulante | pH inicial de titulación | Punto Final |
| HIDROXIDO DE SODIO 01 N o 0,02 | ≤ 4 | 8,3 |
| Intervalo de medición del método | | |
| INTERVALO DE MEDICIÓN DEL MÉTODO | | 10 – 1800 mg /l |
| Límite de cuantificación del método LDC | | 2,9 mg /l |
| Límite máximo de cuantificación del método | | 1800mg/l |
| Índice De La Capacidad Del Método | | |
| ALERTA SUPERIOR | | 114,38 |
| ALERTA INFERIOR | | 82,4 |
| CONTROL SUPERIOR | | 122,4 |
| CONTROL INFERIOR | | 74,4 |
| Controles Para Las Muestras Duplicadas MD | | |
| Desviación | | 4,9655 |
| Promedio | | 11,6159 |
| Alerta | | 16,5814 |
| Control | | 21,5468 |
| Control de calidad analítica | | |
| MB | Por Lote | |
| LFB | Por Lote | |
| MREF | Cada 25 muestras / mensual | |
| LFM | NO APLICA | |
| MD | Por Lote %RPD | |
| LFMD | NO APLICA | |
| MDL Y MRL | NO APLICA | |
| CARTA CONTROL | LFB MD | |

Rechazo De Datos Dudosos

Para el rechazo de datos se usa la PRUEBA ESTADÍSTICA T. En donde si T calculada es mayor que T de la tabla de valores críticos T para rechazo de datos, el dato se puede rechazar (para n mediciones y un nivel de confiabilidad de un 95%). Para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hizo necesario el rechazo de ningún dato.

Metodología Para Calcular La Incertidumbre.

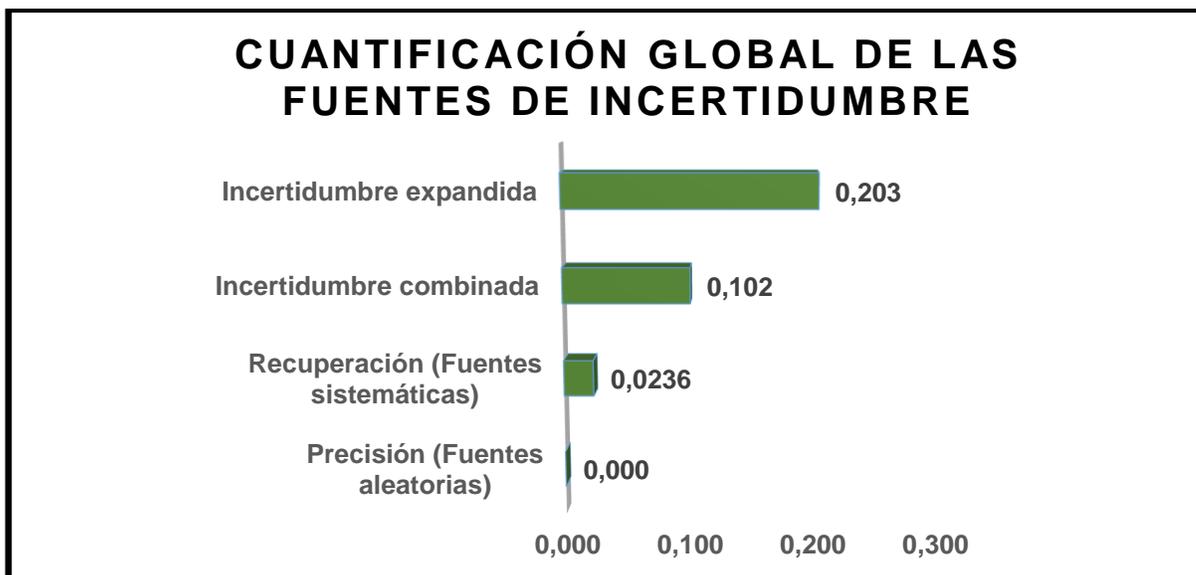
La metodología que se utilizó para determinar el cálculo de incertidumbre se describe en la Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI EX LA 09

Datos de las matrices utilizadas para la determinación del cálculo de la incertidumbre con el método de la repetitividad.

Estimación de la contribución de las fuentes aleatorias.

Gráfica 4.

Cuantificación global de las fuentes de incertidumbre de acidez.



| | | | | |
|---------------|-----------|--------|----|--------------------------|
| INCERTIDUMBRE | EXPANDIDA | MÉTODO | DE | U _E : ± 0,203 |
| REPETITIVIDAD | | | | |

5. Conclusiones

Se genera la documentación correspondiente a los protocolos de validación y análisis de los métodos de sólidos sedimentables y acidez total, en los cuales se estipula los requerimientos necesarios para llevar a cabo la determinación de las técnicas con un alto nivel de confiabilidad siguiendo los estándares de la norma TC-ISO/IEC 17025:2017; así mismo se deja a disposición del laboratorio de manera que puedan ser verificados y consultados.

El método de sólidos sedimentables presenta resultados válidos ya que presenta coeficientes de variación menores al 10% y para muestras duplicadas menores al 20%.

De acuerdo con los resultados obtenidos en la confirmación del método de acidez total, se declara adecuado para las actividades de análisis. Por lo tanto, se autoriza su uso rutinario en el laboratorio para atender la demanda de estos servicios.

En base a los resultados, se concluye que en el método de acidez se debe determinar el pH inicial de la muestra, ya que si presenta un pH mayor a 7 (no tiene acidez) los resultados del análisis serán negativos por lo que no se ve necesario realizar el análisis.

6. Recomendaciones

Realizar capacitaciones periódicas al personal técnico del laboratorio de aguas, con el propósito de mitigar errores en la aplicación de las técnicas analíticas.

Realizar una verificación periódica a la validación desarrollada a los métodos fisicoquímicos cuando se presenten variaciones en las condiciones de operación previamente establecidas, así mismo de los protocolos para asegurar la mejora continua del laboratorio.

Tener en cuenta y leer muy las interferencias de cada uno de los métodos ya que estas pueden afectar los resultados.

Verificar que los equipos, reactivos y materiales se encuentren dentro de los rangos exigidos por el Standard Methods.

Referencias Bibliográficas

- Bermeo C. L., Cisneros A. M., Romero J. C. (2010). *Tecnología de depuración de aguas residuales por Métodos Naturales* – Ecuador.
- Calua Carrasco, C. E. R. (2018). Concentración de contaminantes sólidos sedimentables para el periodo mayo-junio 2017 en el entorno de la UPN y su relación con las normas de la OMS.
- Carrillo Pullutasig, C. M. (2021). Validación de métodos de ensayo para cianuros, fenoles, sólidos sedimentables, sólidos totales, manganeso, zinc y aluminio en agua y suelo (Bachelor's thesis, Quito: UCE).
- Chaparro Corso, J. Y., & Ruiz Ardila, N. (2018). Evaluación a escala de laboratorio del gradiente de acidez de drenaje ácido de mina, mediante el uso de columnas de caliza como sistema pasivo de neutralización.
- Cirelli, A. F. (2012). El agua: un recurso esencial. *Química viva*, 11(3), 147-170.
- Durán, L. E. G. (2016). Evaluación de la calidad de agua de ríos de Colombia usando parámetros fisicoquímicos y biológicos. *Dinámica ambiental*, (1), 83-102.
- Escobar, A. F. S., Ubaque, C. A. G., & Bohórquez, M. L. V. (2012). Identificación y evaluación de la contaminación del agua por curtiembres en el municipio de Villapinzón. *Tecnura*, 16, 185-193.
- Fernández Gordón, G. S. (2013). Validación de los métodos de ensayo para DBO5 en aguas residuales, TPH, aceites y grasas en aguas residuales y suelos.
- Gamarra Sonco, F. (2014). Evaluación del uso de cáscaras de banano (*Musa paradisiaca* sp.) para la descontaminación del agua con metales pesados de la cuenca de Milluni-La Paz (Doctoral dissertation).

Guzmán, L., Villabona, Á., Tejada, C., & García, R. (2013). Reducción de la turbidez del agua usando coagulantes naturales: una revisión. *Revista UDCA Actualidad & Divulgación Científica*, 16(1), 253-262.

ISO/IEC FDIS 17025:2018 (E) “General requirements for the competence of testing and calibration laboratories”

Jácome Yáñez, J. A. (2014). Validación de métodos analíticos para la determinación de la demanda química de oxígeno (rango bajo, rango medio, rango alto), sólidos totales disueltos y sólidos totales suspendidos en matrices de agua clara y residual en el Centro de Investigaciones y Oontrol Ambiental CICAM (Bachelor's thesis, Universidad Técnica de Ambato. Facultad de Ciencia e Ingeniería en Alimentos. Carrera de Ingeniería Bioquímica).

Macías, Ramón. (2013). Determinación de Sólidos Totales, Suspendidos, Sedimentados y Volátiles, en el Efluente de las Lagunas de Oxidación Situadas en la Parroquia Colón. Manabí.

Martínez Cartajena, A. S. (2013). Validación de métodos analíticos por espectrofotometria para determinar sulfatos, cianuros y cromo hexavalente en aguas, suelos y lixiviados.

Mencias Recalde, D. C. (2018). Validación de métodos de ensayo para la determinación de fósforo total, cromo hexavalente y sólidos totales en agua, en el Laboratorio Ambiental y Consultoría ENVIRONOVALAB CÍA. LTDA (Bachelor's thesis, Quito: UCE).

Muñoz, H. A. C. (2020). Análisis de los parámetros de calidad del agua del efluente del río muerto para su posible reutilización del Cantón Manta, Ecuador. Polo del Conocimiento: *Revista científico-profesional*, 5(2), 579-604.

Olivo, A. V., Magallanes, M. Y. L., & Sandoval, M. G. C. (2010). Extracción de Grasas y Aceites en los Efluentes de una Industria Automotriz. *Conciencia tecnológica*, (40), 29-34.

- Peñates Álvarez, K. (2020). Validación del método Gravimétrico para la determinación de Sólidos disueltos (SDT) en aguas naturales y residuales, en el Laboratorio de aguas de la Universidad de Córdoba.
- Ramos Trejos, S. (2020). Validación de la metodología analítica para la determinación de oxígeno disuelto y demanda bioquímica de oxígeno (dbo5) en aguas naturales y residuales en el laboratorio de investigación y calidad ambiental del sena–regional córdoba.
- Reyes Calderon, E. V. (2020). Aplicación de polímeros naturales en el tratamiento de aguas ácidas de minas.
- Rice, E., Eaton, A. y Baird, R. (2017). Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater (Vol. 23). Washington, DC: American Public Health Association.
- Ruiz Román, K. L. (2018). Validación de métodos de ensayo para determinación de pH, conductividad, sólidos sedimentables, sólidos suspendidos y sólidos disueltos en aguas en el Laboratorio Ambiental Environovalab (Bachelor's thesis, Quito: UCE).
- Simanca, M. M., Álvarez, B. E., & Paternina, R. (2017). Calidad física, química y bacteriológica del agua envasada en el municipio de Montería.
- Toasa Llumigusín, F. A. (2012). Validación de los métodos de ensayo para fenoles, tensoactivos, sólidos suspendidos y total de sólidos disueltos (TDS).
- Torres-Avalos, G. A., & Lozano-González, E. A. (2017). Disminución de sólidos de aguas grises mediante un proceso de aireación. *Ra Ximhai*, 13(3), 393-404.
- Uribe, M., Uribe, S. y Acosta, J. (2013). Propuesta de una guía de validación para la determinación de sólidos suspendidos totales en aguas residuales de Cuerpos Académicos, 118.

Ministerio de ambiente. (s.f). *Aguas subterráneas y acuíferos.*

<https://www.minambiente.gov.co/gestion-integral-del-recurso-hidrico/aguas-subterranas-y-acuiferos/>

Anexos

Formatos de recolección de datos verificación de material volumétrico.

Anexo 1.

Verificación De Bureta De Vidrio Marca Glassco De Capacidad De 50 ml

| N° REPETICIONES | V TOTAL | T° C | VR | Z | LIMITE DE ERROR | PROMEDIO | SESGO | INCERTIDUMBRE | INCERTIDUMBRE DE REPETITIVIDAD | S | CV | %ERROR | DESVIACIÓN |
|-----------------|---------|------|---------|--------|-----------------|----------|-------|---------------|--------------------------------|------------|------------|------------|------------|
| 1 | 49,5855 | 22 | 49,7491 | 1,0033 | -950,3 | 49,9788 | -950 | -0,99081379 | -0,19816276 | 0,13756714 | 0,00275251 | 0,2508679 | 0,29080665 |
| 2 | 49,9018 | 22 | 50,0665 | 1,0033 | -949,9 | | | 1,00265904 | | | | -0,0664759 | |
| 3 | 49,8874 | 22 | 50,052 | 1,0033 | -949,947972 | | | 1,00208114 | | | | -0,0520284 | |
| 4 | 49,9323 | 22 | 50,0971 | 1,0033 | -949,902923 | | | 1,00388306 | | | | -0,0970766 | |
| 5 | 49,6928 | 22 | 49,8568 | 1,0033 | -950,143214 | | | 0,99427145 | | | | 0,1432138 | |
| 6 | 49,7348 | 22 | 49,8989 | 1,0033 | -950,101075 | | | 0,99595699 | | | | 0,1010752 | |
| 7 | 49,6616 | 22 | 49,8255 | 1,0033 | -950,174517 | | | 0,99301933 | | | | 0,1745167 | |
| 8 | 49,92 | 22 | 50,0847 | 1,0033 | -949,915264 | | | 1,00338944 | | | | -0,084736 | |

| | | | | | | | | | | | | | |
|----|-------------|----|-------------|------------|---------------------|--|--|------------|--|--|--|-------------------|--|
| 9 | 49,9 991 | 22 | 50,1 641 | 1,00 33 | - 949,83 5903 | | | 1,00656388 | | | | - 0,1640 97 | |
| 10 | 49,8 287 | 22 | 49,9 931 | 1,00 33 | - 950,00 6865 | | | 0,99972539 | | | | 0,0068 653 | |

Anexo 2.

Verificación De Balón Aforado De Vidrio Marca Marienfeld De Capacidad De 250 ml

| N° REPETICIONES | V TOTAL | T° C | VR | Z | LÍMITE DE ERROR | PROMEDIO | SES GO | INCERTIDUMBRE | INCERTIDUMBRE DE REPETITIVIDAD | S | CV | %ERROR | DESVIACIÓN |
|-----------------|----------|------|----------|--------|-----------------|----------|--------|---------------|--------------------------------|-------------|------------|-----------|------------|
| 1 | 248,3586 | 22 | 249,1782 | 1,0033 | -750,8 | 249,1484 | -750,9 | 1,00292112 | 0,200584224 | 0,116594267 | 0,00046797 | 0,8217966 | 0,1162107 |
| 2 | 248,4348 | 22 | 249,2546 | 1,0033 | -750,9 | | | 1,00597837 | | | | 0,7453652 | |
| 3 | 248,2773 | 22 | 249,0966 | 1,0033 | -750,903385 | | | 0,99965758 | | | | 0,9033849 | |
| 4 | 248,5491 | 22 | 249,3693 | 1,0033 | -750,630688 | | | 1,01056546 | | | | 0,630688 | |
| 5 | 248,2715 | 22 | 249,0908 | 1,0033 | -750,909204 | | | 0,99942482 | | | | 0,909204 | |
| 6 | 248,1527 | 22 | 248,9716 | 1,0033 | -751,028396 | | | 0,99465714 | | | | 1,0283961 | |
| 7 | 248,4095 | 22 | 249,2293 | 1,0033 | -750,770749 | | | 1,00496304 | | | | 0,7707487 | |
| 8 | 248,3599 | 22 | 249,1795 | 1,0033 | -750,820512 | | | 1,00297249 | | | | 0,8205123 | |

Anexo 3.

Verificación De pipeta graduada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 5 ml

| N° REPETICIONES | VACIO W1 (G) | LLENO W2 (G) | T° C | VR | Z | LÍMITE DE ERROR | PROMEDIO | SESGO | INCERTIDUMBRE | INCERTIDUMBRE DE REPETITIVIDAD | S | CV | %EROR | DESVIACIÓN |
|-----------------|--------------|--------------|------|------------|-----------|-------------------|-------------|----------------|---------------------|--------------------------------|----------------|----------------|---------------|----------------|
| 1 | 32,98 16 | 37,89 71 | 25 | 4,93 52 | 1,00 4 | -995,1 | 4,937 59 | - 995, 1 | - 0,99990 281 | - 0,19998 056 | 0,0239 0747 | 0,0048 4193 | 0,0648 38 | 0,9875 1834 |
| 2 | 32,97 76 | 37,92 99 | 25 | 4,97 21 | 1,00 4 | -995 | | | - 0,80111 563 | | | | 0,0278 908 | |
| 3 | 32,97 75 | 37,93 56 | 25 | 4,97 79 | 1,00 4 | - 995,02 21 | | | - 0,80088 27 | | | | 0,0220 676 | |
| 4 | 32,97 77 | 37,89 19 | 25 | 4,93 39 | 1,00 4 | - 995,06 61 | | | - 0,80264 573 | | | | 0,0661 432 | |
| 5 | 32,97 79 | 37,89 81 | 25 | 4,93 99 | 1,00 4 | - 995,06 01 | | | - 0,80240 477 | | | | 0,0601 192 | |
| 6 | 32,97 99 | 37,89 07 | 25 | 4,93 04 | 1,00 4 | - 995,06 96 | | | - 0,80278 227 | | | | 0,0695 568 | |
| 7 | 32,97 83 | 37,88 2 | 25 | 4,92 33 | 1,00 4 | - 995,07 67 | | | - 0,80306 741 | | | | 0,0766 852 | |

| | | | | | | | | | | | | | | |
|----|-------------|-------------|----|------------|-----------|-------------------|--|--|---------------------|--|--|--|---------------|--|
| 8 | 32,97 81 | 37,89 86 | 25 | 4,94 02 | 1,00 4 | - 995,05 98 | | | - 0,80239 272 | | | | 0,0598 18 | |
| 9 | 32,97 78 | 37,88 81 | 25 | 4,92 99 | 1,00 4 | - 995,07 01 | | | - 0,80280 235 | | | | 0,0700 588 | |
| 10 | 32,97 84 | 37,85 2 | 25 | 4,89 31 | 1,00 4 | - 995,10 69 | | | - 0,80427 622 | | | | 0,1069 056 | |
| | | | | | | | | | | | | | 0,0624 083 | |

Anexo 4.

Verificación De pipeta graduada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 10ml

| N° REPETICIONES | VACIO W1 (G) | LLENO W2 (G) | T ° C | VR | Z | LÍMITE DE ERROR | PROMEDIO | SESGO | INCERTIDUMBRE | INSERTI DUMBR E DE REPETITIVIDAD | S | CV | %ERROR | DESVIACIÓN |
|-----------------|--------------|--------------|-------|-----------|-------|-----------------|----------|--------|---------------|----------------------------------|------------|-----------|-----------|------------|
| 1 | 32,9809 | 42,876 | 25 | 9,9347808 | 1,004 | -990,1 | 9,9197 | -990,1 | 0,9993976 | 0,19987952 | 0,02237056 | 0,0022552 | 0,0652192 | 0,0212226 |
| 2 | 32,9973 | 42,863 | 25 | 9,9047612 | 1,004 | -990,1 | | | 0,99940162 | | | | 0,0952388 | |
| 3 | 32,9784 | 42,872 | 25 | 9,9327728 | 1,004 | -990,0672272 | | | 0,99947792 | | | | 0,0672272 | |
| 4 | 32,9784 | 42,902 | 25 | 9,963696 | 1,004 | -990,036304 | | | 0,99824099 | | | | 0,036304 | |
| 5 | 32,9783 | 42,863 | 25 | 9,9246404 | 1,004 | -990,0753596 | | | 0,99980322 | | | | 0,0753596 | |
| 6 | 32,9782 | 42,854 | 25 | 9,9152028 | 1,004 | -990,0847972 | | | 0,99981928 | | | | 0,0847972 | |
| 7 | 32,9783 | 42,858 | 25 | 9,9193192 | 1,004 | -990,0806808 | | | 0,99998394 | | | | 0,0806808 | |

| | | | | | | | | | | | | | | |
|----|-------------|------------|--------|---------------|-----------|----------------------|--|--|---------------------|--|--|--|---------------|--|
| 8 | 32,97 78 | 42,8 61 | 2 5 | 9,922 532 | 1,0 04 | - 990,077 468 | | | - 0,9998875 5 | | | | 0,0774 68 | |
| 9 | 32,98 24 | 42,8 26 | 2 5 | 9,882 6732 | 1,0 04 | - 990,117 3268 | | | - 0,9985181 | | | | 0,1173 268 | |
| 10 | 32,97 92 | 42,8 37 | 2 5 | 9,896 8296 | 1,0 04 | - 990,103 1704 | | | - 0,9990843 5 | | | | 0,1031 704 | |
| | | | | | | | | | | | | | 0,0802 792 | |

Anexo 5.

Verificación De pipeta aforada De Vidrio Marca Brand De Capacidad De 100ml

| Nº REPETICIONES | LENO W2 (G) | T ° C | VR | Z | LIMITE DE ERROR | PROMEDIO | SESGO | INCERTIDUMBRE | INSERTIDUMBRE DE REPETITIVIDAD | S | CV | %ERROR | DESVIACIÓN |
|-----------------|-------------|-------|-----------|--------|-----------------|----------|--------|---------------|--------------------------------|------------|-----------|----------|------------|
| 1 | 99,4578 | 22 | 99,786011 | 1,0033 | -900,2 | 99,76234 | -900,2 | 0,99905329 | 0,19981066 | 0,04513692 | 0,0004524 | 0,213989 | 0,0428206 |
| 2 | 99,4323 | 22 | 99,760427 | 1,0033 | -900,1 | | -1000 | 2,99041706 | | | | 0,239573 | |
| 3 | 99,5239 | 22 | 99,852329 | 1,0033 | -900,14767 | | -1000 | 2,99409315 | | | | 0,147671 | |
| 4 | 99,4583 | 22 | 99,786512 | 1,0033 | -900,21349 | | -1000 | 2,9914605 | | | | 0,213488 | |
| 5 | 99,392 | 22 | 99,719994 | 1,0033 | -900,28001 | | -1000 | 2,98879974 | | | | 0,280006 | |
| 6 | 99,4091 | 22 | 99,73715 | 1,0033 | -900,26285 | | -1000 | 2,989486 | | | | 0,26285 | |
| 7 | 99,362 | 22 | 99,689895 | 1,0033 | -900,31011 | | -1000 | 2,98759578 | | | | 0,310105 | |
| 8 | 99,4138 | 22 | 99,741866 | 1,0033 | -900,25813 | | -1000 | 2,98967462 | | | | 0,258134 | |

Anexo 6.

Protocolo de análisis método de solidos sedimentable.

| | | | | |
|---|--|------------------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 1 de 6 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | | APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

1. CONTENIDO

1.1 GENERALIDADES:

1.1.1 Objetivo

Especificar el procedimiento para la determinación de solidos sedimentables en aguas superficiales, residual domestica e industrial y subterránea basados en el Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater, SM 2540-F de la Edición 23 del año 2017.

1.1.2 Definiciones:

- **Muestra:** Analíticamente (equivalente a espécimen), es una parte representativa de la totalidad del material que ha de someterse a ensayo. Estadísticamente, es un conjunto de datos obtenidos de una población.
- **Rangos de aplicación:** Intervalo de concentración donde actúa el método en cuestión. El intervalo de trabajo de un método de análisis es aquel intervalo entre dos concentraciones de un analito en una muestra, para la cual se podría mostrar, que el método tiene suficiente precisión y exactitud, y muestra linealidad.
- **Análisis:** Operación técnica que permite detectar y/o determinar un parámetro analítico, o caracterizar una muestra o un material de acuerdo a un procedimiento.
- **Registro:** Documento que proporciona pruebas objetivas de las actividades realizadas o de los resultados logrados.
- **Conservación:** condiciones adecuadas de refrigeración para mantener las condiciones iniciales de una muestra.
- **Solución madre:** Solución estándar concentrada que se utiliza para preparar calibradores.
- **Solución estándar:** Solución de concentración conocida, preparada a partir de material caracterizado.
- **Sustancia interferente:** Sustancia distinta del analito que da una respuesta analítica similar o que altera el resultado analítico.
- **Indicador:** Reactivo o sustancia capaz de cambiar el punto de inflexión en una reacción.
- **Titulación:** método químico cuantitativo que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido.
- **Aforar:** llevar un líquido contenido en un recipiente de mayor exactitud hasta cierta marca o aforo.
- **Exactitud:** En los ensayos cuantitativos, la exactitud expresa el grado de acuerdo entre el valor verdadero y el valor obtenido después de repetir el ensayo cierto número de veces. La exactitud se ve afectada por los errores sistemáticos y los errores aleatorios.
- **Calibración:** Proceso formal que proporciona evidencia documentada de que un equipo es apropiado para un uso establecido y que se desempeña para una especificación.
- **Material de referencia certificado (MRC):** Material de referencia del cual se han certificado por un procedimiento técnico los valores de una o más propiedades y que se acompaña de un certificado u otra documentación expedidos por un organismo de certificación o cuya historia puede rastrearse hasta dicho certificado o documentación.
- **Metrología:** Ciencia que desarrolla, optimiza y aplica procesos químicos de medida encaminados a obtener información analítica de calidad.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------|---------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 2 de 6 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

- **Lote o tanda de análisis:** Conjunto completo de muestras analíticas con un número adecuado de patrones y muestras de control de calidad para su validación. Según el caso, varias tandas (o lotes) pueden terminarse en un día, o una tanda (o lote) puede llevar varios días.
- **Riesgo:** Es la probabilidad de ocurrencia de un evento.
- **Accidente de trabajo:** Suceso repentino que sobreviene por causa o con ocasión del trabajo y que produce en el trabajador daños a la salud.
- **Residuo líquido:** Sustancia o elemento en forma líquida que resulta del desarrollo de una actividad o proceso y que es desechado por quien lo genera.

1.2 DESCRIPCIÓN:

1.2.1 Principio del método y aplicación.

La materia sedimentable se define como la cantidad de sólidos que en un tiempo determinado se deposita en el fondo de un recipiente en condiciones estáticas. El método propuesto es volumétrico. Se entiende por sólidos sedimentables a los materiales que se detectan en el fondo de un recipiente debido a la sedimentación de estos.

Los sólidos sedimentables de las aguas superficiales y salinas así como de las aguas residuales domésticas e industriales pueden ser determinados y expresados en función de volumen (mL/L) cuando son determinados con ayuda del cono imhoff o por peso (mg/L) calculados en la relación de sólidos suspendidos y sólidos no sedimentables.

1.2.2 Equipos, Materiales y Reactivos

1.2.2.1 Equipos y materiales utilizados

- Balanza analítica PRECISA XB 220 A, con precisión de 0,0001gr, código del equipo LA09.
- Balanza analítica RADWAG, modelo AS 310.RS PLUS, con división de escala 0,0001g, código del equipo LA 79.
- Balanza analítica BOECO, modelo BBL31, resolución 0,0001g, código del equipo LA 08.
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, y código del equipo LA56
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, número de inventario 1 66001.174.050 y código del equipo LA16.
- Nevera POLO NORTE TI-07R, rango de temperatura 4-12°C, N° inventario 166501.165.066, código del equipo LA02.
- Sistema de ósmosis inversa PURE-PRO RO-132, agua desionizada, código del equipo LA10, N° inventario 160011399.002.200 y serial 25003980.
- Agitador magnético Heidolph MR Hei-Mix S y código del equipo LA21.
- Desecador grande, LA73.
- Desecador pequeño, LA74.
- Reloj o cronometro.

1.2.2.2 Materiales utilizados

- Balones aforados clase A de 500 +/- 0,06; 100 +/- 0,01; y 1000 +/- 0,04 ml
- Vaso precipitado 50 ml
- Probetas vidrio de 100 ml +/- 1 ml
- Frasco lavador con agua des ionizada
- Frasco de polietileno o vidrio con un mínimo de capacidad de 1 litro con tapa.
- Cono de sedimentación tipo imhoff
- Base para conos imhoff
- Agitador largo de vidrio o plástico

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 3 de 6 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

1.2.2.2 Reactivos

- **Agua des-ionizada:**

Se recomienda usar agua des-ionizada con una conductividad ≤ 2 , para la preparación de todas las soluciones; ya sean denominadas como estándares de corrida y reactivos del protocolo respectivo.

- **Arena de río:** tamizar la arena disponible utilizando un tamiz de 32 mesh y simultáneamente lavar con agua potable, recoger la arena que pasa por el tamiz descartando las aguas de lavado sobrenadantes, repetir el lavado por lo menos 10 veces más para asegurar que todos los sólidos disueltos se eliminaron durante este proceso. Secar la arena tamizada en un horno a 150°C durante tres horas, esperar que se enfríe y volver a tamizar.
- **Solución de control de 0,1ml/L:** pesar entre 0,1680 y 0,1686 gramos de arena tamizada y se transfiere la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar el aforo con agua destilada.
- **Solución control de 100ml/L:** pesar entre 140,8518 y 140,8523 gramos de arena, transferir la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar con agua destilada.

1.2.3 Preparación de la Muestra

1.2.3.1 Límites e Interferencias

Bolsas de líquidos y/o burbujas de aire: algunas veces pueden formarse bolsas de líquidos y/o burbujas de aire entre partículas gruesas. Si es posible, tomar en cuenta el volumen de estas al hacer la medición.

1.2.3.2 Toma y Preservación de Muestras

Recolectar un volumen de muestras homogéneo y representativo superior a 1 litro en un frasco de polietileno o de vidrio con tapa de boca ancha, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente. No se recomienda la adición de agentes preservadores. Transportar la muestra y mantenerla a $\leq 6^\circ\text{C}$ hasta la realización del análisis. La muestra debe estar a temperatura ambiente en el momento del análisis. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a la recolección.

1.2.3.3 Procedimiento del Ensayo

- Mezclar la muestra para asegurar una distribución homogénea de los sólidos a través de todo el cuerpo del líquido.
- Verter la muestra en un cono Imhoff hasta que se alcance la marca de 1L.
- Colocar el cono en el soporte respectivo asegurando que se mantenga estático y la superficie del líquido se encuentre siempre en posición horizontal.
- Dejar que la muestra se sedimente durante 45 minutos.
- Transcurridos los 45 minutos, con la ayuda de una varilla de vidrio agitar suavemente la masa de agua con la ayuda de una varilla de vidrio o plástico, moviéndola en forma circular y cerca de las paredes internas del cono para remover suavemente los sólidos adheridos y de esta manera facilitar que se desprendan y sedimenten.
- Dejar en reposo 15 minutos más, determinar el contenido de sólidos sedimentables expresado en mL/L leyendo directamente en el cono. La lectura se realiza tomando como referencia la línea de separación entre el material flotante y el no flotante, es decir, el material flotante no se estima como sedimentable.
- Realizar las actividades de control de calidad indicadas en el numeral 4.8 de este documento.
- Registrar en el documento de captura de datos de análisis de sólidos sedimentables.

Nota: En caso de que el material presente en la muestra no se sedimente en forma compacta, por ejemplo presentando flóculos o cúmulos, registrar esta situación en el informe de resultados.

Copia No Controlada

| | | | | |
|--|--|------------------|----------------|------------|
|  Vigilancia Mineducación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 4 de 6 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

Cálculos

No aplica. Tomar directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff. Reportar la lectura obtenida en mL/L. Para efectos de cálculo, cuando el nivel de los sólidos sedimentables en el cono Imhoff se encuentre entre dos divisiones de escala, aproximar la lectura al valor medio, por ejemplo, si el nivel de los sólidos sedimentables se encuentra entre 5,5 y 6,0 mL/L, el valor de la lectura se aproxima a 5,75 mL/L.

1.2.3.4 Limpieza de Material

Para que los resultados obtenidos en el laboratorio sean confiables se ha de mantener el área de trabajo adecuadamente limpia y organizada, se debe limpiar el material a utilizar en las condiciones estipuladas, para evitar cualquier contaminación de materia orgánica u otro material interferente en el resultado.

El material se debe lavar con Extran al 3% y dejar en él unos minutos, después se enjuaga con abundante agua y luego con agua desionizada.

1.2.4 Controles de calidad analíticos

Formulas Para Control Analítico

Cuando envíen al laboratorio el volumen mínimo de muestra requerido para realizar el ensayo por duplicado (2,5 litros). De lo contrario no se realiza el duplicado de muestra, el método no estipula necesario realizar este control de calidad.

MUESTRA DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):

$$RPD = \frac{[M - MD]}{[M + MD]/2} \times 100$$

M: [] determinada de M

MD: [] determinada de MD

El porcentaje de RPD, se utiliza para hallar la precisión del método

Tabla 1. Intervalo de medición del método.

| INTERVALO DE MEDICIÓN DEL MÉTODO | 0,1 – 100 ml /L |
|--|-----------------|
| Límite de detección del método | No aplica |
| Límite de cuantificación del método LDC | 0,1mg /l |
| Límite máximo de cuantificación del método | 100 mg/l |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------------------|------------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 5 de 6 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | |

1. CONTENIDO

Tabla 2. Frecuencias de control de calidad analítica.

| SÓLIDOS SEDIMENTABLES 2540F | | | | | | | |
|-----------------------------|-----------|-----------|-----------|---------------|-----------|-----------|---------------|
| MB | LFB | MREF | LFM | MD | LFMD | MDL Y MRL | CARTA CONTROL |
| NO APLICA | NO APLICA | NO APLICA | NO APLICA | Por Lote %RPD | NO APLICA | NO APLICA | MD LFB |

Tabla 3. Índice de la capacidad del método LFB

| ALERTA SUPERIOR | ALERTA INFERIOR | CONTROL SUPERIOR | CONTROL INFERIOR |
|-----------------|-----------------|------------------|------------------|
| 105,57 | 95,9 | 108,0 | 93,5 |

Tabla 4. Controles para las muestras duplicados MD

| Desviación | Promedio | Alerta | Control |
|------------|----------|---------|---------|
| 6,0948 | 13,9956 | 20,0904 | 26,1852 |

1.2.5 Reporte de Resultados

Si el análisis cumple con los criterios de aceptación analíticos se prosigue a consignar los resultados del análisis en el formato de procesamiento de muestras FO-EXLA-38.

Luego se registra en el software de "SILABSA" en el formato de Resultados de análisis FO-GA-06; teniendo en cuenta que este parámetro se reporta en unidades de concentración de mg CaCO₃ /l utilizando tres cifras significativas en el resultado.

Cuando el valor de la dureza total es menor al límite de reporte mínimo se pone en la casilla de observaciones la concentración real.

1.2.6 Seguridad

De acuerdo con la naturaleza de los reactivos utilizados es necesario cumplir con los lineamientos establecidos en la Guía de Higiene y Bioseguridad GI-EXLA-01, teniendo en cuenta algunas recomendaciones básicas para evitar accidentes como; utilizar elementos de protección personal, manejo y uso de equipos pertinentes, evitar el contacto directo y mantener el área de trabajo limpia y ordenada.

1.2.7 Manejo de Residuos Líquidos

Los residuos líquidos que se generan en el laboratorio de aguas son tratados según la guía de Manejo de Residuos Sólidos y Líquidos GI-EXLA-08 en la cual se describe el tratamiento dado para los correspondientes a la determinación de dureza total. En el laboratorio se encuentran dispuestos los recipientes de recolección de color rojo con su respectiva etiqueta, los cuales son recolectados y registrados por el Profesional a cargo del manejo de residuos, formato de evacuación mensual de residuos sólidos y líquidos FO-EXLA-25 dos veces por semana, o de acuerdo a la generación del laboratorio. Estos se transportan al cuarto de almacenamiento de residuos y la disposición final está a cargo de la empresa certificada, para el caso puntual de este método solo se lo lleva la se dispone cuando se alcanza un volumen aproximado de 1 galón.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------------------|------------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 6 de 6 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | |

1. CONTENIDO

1.2.8 Bibliografía

- APHA, 2017. Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater. Edición 23. Washington. APHA, AWWA, WEF. 2340 C
- Procedimiento de Estandarización de métodos analíticos PC-EXLA-07.
- Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI-EX LA-09
- Manual de uso general y control de equipos. MA-EXLA-02

2. CONTROL DE CAMBIOS

| VERSIÓN | DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO | FECHA | RESPONSABLES |
|---------|------------------------|-------|--------------|
| | | | |

Copia No Controlada

Anexo 7.

Protocolo de validación de sólidos sedimentables.

| | | | | |
|---|--|------------------|----------------|-------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-XX |
| | VALIDACION DE SOLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 1 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 1 de 16 |
| d. ELABORÓ | e. REVISÓ | f. APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo operativo del proceso | Líder de Calidad | | |

| 1 CONTENIDO |
|---|
| <p>1.1 GENERALIDADES:</p> <p>1.1.1 OBJETIVO</p> <p>Establecer la metodología correspondiente para la validación o confirmación del método Sólidos sedimentables, basados en el Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater, SM 2540F de la Edición 23 del año 2017 para las matrices acuosas de aguas superficiales, residual doméstica e industrial y subterránea determinando las variables de Límite de Cuantificación (LDC), e Intervalo de la medición en el Laboratorio de Aguas – Sede Campos Eliseos.</p> <p>1.1.2 DEFINICIONES:</p> <p>Validación: Confirmación de un método analítico, mediante estudios de laboratorio, de que se cumplen todas las características de funcionamiento del método satisfaciendo los requisitos particulares de los análisis previstos.</p> <p>Concentración: Cantidad de una sustancia, expresada en unidades de masa o moles, que hay en una unidad de volumen de fluido.</p> <p>Límite de Cuantificación (LDC): Concentración establecida que produce una señal suficientemente más grande que la del blanco y que puede ser detectada dentro de los límites especificados por el laboratorio de análisis durante condiciones operacionales de rutina. El menor contenido mensurable que permite cuantificar el analito con un grado razonable de exactitud y precisión.</p> <p>Estándar (patrón) de referencia: Estándar, generalmente de la mejor calidad disponible en un determinado lugar, del que se derivan las mediciones hechas en ese lugar.</p> <p>Estándar (patrón) interno: Adición de una cantidad fija de una sustancia conocida que no se encuentra presente como constitutiva del espécimen, a fin de identificar o cuantificar otros componentes. Las características fisicoquímicas del estándar interno deben aproximarse lo más posible a las del analito. Compuesto de laboratorio que se añade a los patrones de calibración y las muestras con una concentración conocida y constante para facilitar la cuantificación del analito buscado.</p> <p>Estándar (patrón) primario: Estándar o patrón que tiene las mejores calidades metrológicas en un campo determinado.</p> <p>Muestra: Analíticamente, es una parte representativa de la totalidad del material que ha de someterse a ensayo. Estadísticamente, es un conjunto de datos obtenidos de una población.</p> <p>Rango de cuantificación: El rango de concentraciones, incluidos los límites inferior y superior de cuantificación, que pueden ser cuantificadas de forma fiable y reproducible, y con exactitud y precisión, a través de la relación entre la concentración y la respuesta.</p> <p>Muestra añadida: Material de ensayo que contiene una adición conocida de analito.</p> <p>Muestra en blanco: Especimen o muestra que no contiene el analito.</p> <p>Muestras duplicadas: Dos alícuotas de una muestra que se analizan al mismo tiempo.</p> <p>Mediciones Quimiométricas: Conjunto de operaciones que tienen por objeto determinar el valor de una cantidad, de acuerdo a los lineamientos estadísticos de control de calidad para una validación o confirmación.</p> <p>Curva de calibración: Relación existente entre la respuesta de señales del instrumento y diversas concentraciones del analito en un disolvente o matriz apropiado.</p> |

Copia No Controlada

| | | | | |
|--|--|------------------|----------------|-------------|
|  Vigilancia Mineducación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 0 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 2 de 16 |
| a. ELABORÓ | b. REVISÓ | c. APROBÓ | | |
| Equipo operativo del proceso | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | | |

Desviación estándar (o típica): Dato estadístico que muestra la extensión o dispersión de las puntuaciones en una distribución de éstas. Se calcula determinando la raíz cuadrada de la varianza. Se aplica a toda clase de mediciones repetidas, por ejemplo, entre lotes, dentro de un mismo lote, en la Repetibilidad y en la reproducibilidad.

Coefficiente de variación (o desviación estándar relativa): Medida utilizada para comparar la dispersión o variación en grupos de mediciones. Es el cociente entre la desviación estándar y la media, multiplicada por 100 para expresarla en porcentaje del promedio.

Ensayo (o prueba): Operación técnica que consiste en determinar una o más características o comportamientos de un producto, material, equipo, organismo, fenómeno físico, proceso o servicio dado, de conformidad con un procedimiento especificado.

Error: Acción considerada incorrecta o equivocada.

Error aleatorio: Componente del error total de una medición que varía de forma impredecible. Ello hace que los distintos resultados queden a ambos lados del valor promedio.

Error sistemático: Componente del error total de una medición que varía de forma constante. Ello hace que todos los resultados sean erróneos en el mismo sentido.

Error total: Suma de errores aleatorios y sistemáticos.

Error crasos: Los errores crasos poseen características básicas semejantes a los errores sistemáticos pero su magnitud es notablemente superior. Son bastante fáciles de detectar y de eliminar. Causas: Ejecución inadecuada de los métodos de medición. Falta de entrenamiento del personal. Operación inadecuada de equipos. Condiciones ambientales no adecuadas.

Exactitud (sesgo, veracidad): Capacidad para obtener un resultado verdadero. En los ensayos cuantitativos, la exactitud expresa el grado de acuerdo entre el valor verdadero y el valor obtenido después de repetir el ensayo cierto número de veces. La exactitud se ve afectada por los errores sistemáticos y los errores aleatorios.

Repetibilidad: Grado de acuerdo entre los resultados de mediciones sucesivas de un mismo analito realizadas en condiciones repetibles, por ejemplo, el mismo método, el mismo material, el mismo operador, el mismo laboratorio, y en un período de tiempo breve. Los resultados deben expresarse en términos de desviación estándar de la repetibilidad, coeficiente de variación de la repetibilidad o intervalo de confianza del valor medio.

Reproducibilidad (en laboratorio): Grado de acuerdo entre los resultados de mediciones del mismo mensurando realizadas en condiciones de medición distintas. Designa también la precisión del método en las mismas condiciones de trabajo en un período corto de tiempo.

Precisión: Grado de acuerdo (o desacuerdo) entre los resultados independientes de ensayos obtenidos en condiciones prescritas. Por lo general depende de la concentración del analito, dependencia que debe determinarse y documentarse. La precisión se expresa normalmente como imprecisión y se calcula como desviación estándar de los resultados de los ensayos.

Una mayor imprecisión se traduce en una desviación estándar también mayor.

% Recuperación: Término utilizado en química analítica que se mide añadiendo una cantidad conocida de analito en una matriz en blanco y comparando el resultado con la cantidad realmente reflejada en el análisis.

Límite de confianza: Cantidad, magnitud o número máximo o mínimo prescrito o especificado. Serie de valores que comprende el valor verdadero con un determinado grado de probabilidad. Este grado de probabilidad se llama grado de confianza.

Laboratorio: Instalaciones donde se realizan análisis a cargo de personal calificado con equipo adecuado.

Material de referencia certificado (MRC): Material de referencia del cual se han certificado por un procedimiento técnico una o más propiedades, que va acompañado de un certificado o de otra documentación expedido(a) por un organismo de certificación relacionado(a) con esa documentación.

Método (o método analítico): Procedimiento detallado (definido) para realizar un análisis.

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|------------------|----------------|-------------|
|  Vigilancia y Educación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES | | FECHA | |
| | SM 2540-F | | PÁGINA | 3 de 16 |
| a. ELABORÓ | b. REVISÓ | c. APROBÓ | | |
| Equipo operativo del proceso | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | | |

Patrón externo: Patrón preparado directamente con una sustancia de referencia, por ejemplo, como solución madre o como serie de diluciones de la solución madre. No se prepara con el mismo tipo de matriz de las o muestras que se analizarán y por consiguiente no es necesaria una extracción antes del análisis.

Incertidumbre: Parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que puede atribuirse razonablemente al analito. Estimación que acompaña a los resultados de un análisis y que define el rango de valores en el que se afirma que se sitúa el valor verdadero.

Control de calidad: Sistema general de procedimientos y procesos de laboratorio encaminados a controlar la calidad de los resultados analíticos de un laboratorio.

1. CONTENIDO

1.2 DESCRIPCIÓN:

a. 1.2.1 Principio del método y aplicación

La materia sedimentable se define como la cantidad de sólidos que en un tiempo determinado se deposita en el fondo de un recipiente en condiciones estáticas. El método propuesto es volumétrico. Se entiende por sólidos sedimentables a los materiales que se detectan en el fondo de un recipiente debido a la sedimentación de estos.

Los sólidos sedimentables de las aguas superficiales y salinas así como de las aguas residuales domésticas e industriales pueden ser determinados y expresados en función de volumen (mL/L) cuando son determinados con ayuda del cono imhoff o por peso (mg/L) calculados en la relación de sólidos suspendidos y sólidos no sedimentables.

b.

1.2.2 Equipos, Materiales y Reactivos

c. 1.2.2.1 Equipos

- Balanza analítica PRECISA XB 220 A, con precisión de 0,0001gr, código del equipo LA09.
- Balanza analítica RADWAG, modelo AS 310.RS PLUS, con división de escala 0,0001g, código del equipo LA 79.
- Balanza analítica BOECO, modelo BBL31, resolución 0,0001g, código del equipo LA 08.
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, y código del equipo LA56
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, número de inventario 66001.174.050 y código del equipo LA16.
- Nevera POLO NORTE TI-07R, rango de temperatura 4-12°C, N° inventario 166501.165.066, código del equipo LA02.
- Sistema de ósmosis inversa PURE-PRO RO-132, agua desionizada, código del equipo LA10, N° inventario 160011399.002.200 y serial 25003980.
- Agitador magnético Heidolph MR Hei-Mix S y código del equipo LA21.
- Desecador grande, LA73.
- Desecador pequeño, LA74.
- Reloj o cronometro.

1.2.2.2 Materiales utilizados

- Balones aforados clase A de 500 +/- 0,06; 100 +/- 0,01; y 1000 +/- 0,04 ml
- Vaso precipitado 50 ml
- Probetas vidrio de 100 ml +/- 1 ml
- Frasco lavador con agua des ionizada

Copia No Controlada

| | | | | |
|--|--|------------------|----------------|-------------|
|  Vigilancia y Medición | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 0 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 4 de 16 |
| a. ELABORÓ | b. REVISÓ | c. APROBÓ | | |
| Equipo operativo del proceso | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | | |

- Frasco de polietileno o vidrio con un mínimo de capacidad de 1 litro con tapa.
- Cono de sedimentación tipo imhoff
- Base para conos imhoff
- Agitador largo de vidrio o plástico

i. 1.2.2.3 Reactivos

- **Agua des-ionizada:**

Se recomienda usar agua des-ionizada con una conductividad ≤ 2 , para la preparación de todas las soluciones; ya sean denominadas como estándares de corrida y reactivos del protocolo respectivo.

- **Arena de río:** tamizar la arena disponible utilizando un tamiz de 32 mesh y simultáneamente lavar con agua potable, recoger la arena que pasa por el tamiz descartando las aguas de lavado sobrenadantes, repetir el lavado por lo menos 10 veces más para asegurar que todos los sólidos disueltos se eliminaron durante este proceso. Secar la arena tamizada en un horno a 150°C durante tres horas, esperar que se enfríe y volver a tamizar.
- **Solución de control de 0,1ml/L:** pesar entre 0,1680 y 0,1686 gramos de arena tamizada y se transfiere la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar el aforo con agua destilada.
- **Solución control de 100ml/L:** pesar entre 140,8518 y 140,8523 gramos de arena, transferir la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar con agua destilada.

1.2.3 Preparación de la muestra

1.2.3.1 Límites e interferencias.

Bolsas de líquidos y/o burbujas de aire: algunas veces pueden formarse bolsas de líquidos y/o burbujas de aire entre partículas gruesas. Si es posible, tomar en cuenta el volumen de estas al hacer la medición.

1.2.3.2 Toma y preservación de muestras.

Recolectar un volumen de muestras homogéneo y representativo superior a 1 litro en un frasco de polietileno o de vidrio con tapa de boca ancha, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no debe adherirse a las paredes del recipiente.

No se recomienda la adición de agentes preservadores. Transportar la muestra y mantenerla a $\leq 6^\circ\text{C}$ hasta la realización del análisis. La muestra debe estar a temperatura ambiente en el momento del análisis. El tiempo máximo de almacenamiento previo al análisis es de 7 días. Sin embargo, se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a la recolección.

1.2.3.3 Procedimiento del ensayo

- Mezclar la muestra para asegurar una distribución homogénea de los sólidos a través de todo el cuerpo del líquido.
- Verter la muestra en un cono Imhoff hasta que se alcance la marca de 1L.
- Colocar el cono en el soporte respectivo asegurando que se mantenga estático y la superficie del líquido se encuentre siempre en posición horizontal.
- Dejar que la muestra se sedimente durante 45 minutos.
- Transcurridos los 45 minutos, con la ayuda de una varilla de vidrio agitar suavemente la masa de agua con la ayuda de una varilla de vidrio o plástico, moviéndola en forma circular y cerca de las paredes internas del cono para remover suavemente los sólidos adheridos y de esta manera facilitar que se desprendan y sedimenten.
- Dejar en reposo 15 minutos más, determinar el contenido de sólidos sedimentables expresado en mL/L leyendo directamente en el cono. La lectura se realiza tomando como referencia la línea de separación entre el material flotante y el no flotante, es decir, el material flotante no se estima como sedimentable.
- Realizar las actividades de control de calidad indicadas en el numeral 4.8 de este documento.
- Registrar en el documento de captura de datos de análisis de sólidos sedimentables.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------|----------------|-------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 0 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 5 de 16 |
| a. ELABORÓ | b. REVISÓ | c. APROBÓ | | |
| Equipo operativo del proceso | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | | |

Nota: En caso de que el material presente en la muestra no se sedimente en forma compacta, por ejemplo presentando flóculos o cúmulos, registrar esta situación en el informe de resultados.

Cálculos

No aplica. Tomar directamente la lectura de sólidos sedimentables del cono Imhoff. Reportar la lectura obtenida en mL/L. Para efectos de cálculo, cuando el nivel de los sólidos sedimentables en el cono Imhoff se encuentre entre dos divisiones de escala, aproximar la lectura al valor medio, por ejemplo, si el nivel de los sólidos sedimentables se encuentra entre 5,5 y 6,0 mL/L, el valor de la lectura se aproxima a 5,75 mL/L.

1.2.4 Etapas de la confirmación

En la siguiente tabla se muestran los porcentajes a tener en cuenta para la determinación de sólidos sedimentables.

Tabla 1. METAS DE LOS INTERVALOS DE %CV, % RECUP, S, % ERROR

| |
|--|
| debe ser < a 10% para LDC y < 10% para LDM |
| Aplica para estándares debe ser < a 10% para adicionados debe ser < 10% para %RPD debe estar mayor a 20% |
| El % recuperación 70-130 el % de recuperación de muestras duplicadas |

Formulas Para Control Analítico

% RECUPERACION PARA LFB:

$$\% \text{ Recuperación LFB} = \frac{\text{Valor real}}{\text{Valor teorico}} \times 100$$

MUESTRA DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):

$$RPD = \frac{|M - MD|}{(M + MD)/2} \times 100$$

M: [] determinada de M

MD: [] determinada de MD

El porcentaje de RPD, se utiliza para hallar la precisión del método

1.2.4.1 Definición del intervalo de medición aplicado al método

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 6 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

Tabla 2. Ensayos individuales para escoger el límite de reporte mínimo

| Nº de mediciones | MB | LFB 0,1 | LFB 100 |
|------------------|----|---------|---------|
| 1 | - | 0,1 | 101 |
| 2 | - | 0,1 | 104 |
| 3 | - | 0,1 | 97 |
| 4 | - | 0,1 | 97 |
| 5 | - | 0,1 | 101 |
| 6 | - | 0,1 | 104 |
| 7 | - | 0,1 | 103 |
| 8 | - | 0,1 | 97 |
| 9 | - | 0,1 | 104 |
| 10 | - | 0,1 | 98 |

a. 1.2.5 Definición del intervalo de aplicación del método.

Se realizaron ensayos con Estándares, estos se analizaron con el fin de obtener la concentración ideal que permita definir los límites de cuantificación y máximo de detección.

Se realizó con arena de río, la cual se tamizó utilizando un tamiz de 32 mesh y simultáneamente se lavó con agua potable, se recogió la arena que paso por el tamiz descartando las aguas de lavado sobrenadantes, se repitió el lavado 10 veces más para asegurar que todos los sólidos se eliminen durante este proceso, se secó la arena tamizada en un horno a 105 °C durante tres horas y se llevó al desecar hasta su enfriamiento, se realizó un nuevo tamizaje.

Los estándares empleados en el proceso de la confirmación del método se prepararon a partir de arena de río previamente lavada tamizada y secada en el horno.

- **Solución de control de 0,1ml/L:** pesar entre 0,1680 y 0,1686gramos de arena tamizada y se transfiere la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar el aforo con agua destilada.
- **Solución control de 100ml/L:** pesar entre 140,8518 y 140,8523 gramos de arena, transferir la cantidad pesada a un balón aforado de 1 litro y completar con agua destilada.

Definición de los límites del método

Se definieron los límites de la confirmación del método; mediante la realización de la siguiente corrida de estándares.

Tabla 3. Ensayo Individuales límites del método

| REPETICIÓN | MB | LFB 0,1 | LFB 100 |
|------------|----|---------|---------|
| 1 | NA | 0,0 | 104 |
| 2 | NA | 0,1 | 97 |
| 3 | NA | 0,1 | 97 |
| 4 | NA | 0,1 | 101 |
| 5 | NA | 0,2 | 104 |
| 6 | NA | 0,1 | 103 |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 7 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

| | | | |
|-----------|-----|-----|-----|
| 7 | NA | 0,1 | 104 |
| 8 | NA | 0,1 | 101 |
| 9 | NA | 0,1 | 100 |
| 10 | NA | 0,1 | 100 |
| | LDC | 0,1 | |
| | LMC | 100 | |

1.2.6 PLAN DE CORRIDA

Se analizaron durante 5 días las siguientes muestras:

LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)

(M1) agua superficial.

(M2) agua subterránea

(M3) agua residual domestica

(M4) agua residual industrial

Para cada muestra se efectuaron 10 lecturas por duplicado, obteniendo un total de 20 datos para cada patrón, según los controles analíticos que aplica el laboratorio. Las muestras fueron recolectadas de acuerdo a la toma de muestras y fueron preservadas a una temperatura $\leq 6^{\circ}\text{C}$, hasta su análisis.

Tabla 4. Resultados de mediciones Químio-métricas

| Nº de mediciones | MB | LFB 0,1 | LFB 100 |
|------------------|-----|---------|---------|
| 1 | - | 0,1 | 101 |
| 2 | - | 0,1 | 104 |
| 3 | - | 0,1 | 97 |
| 4 | - | 0,1 | 97 |
| 5 | - | 0,1 | 101 |
| 6 | - | 0,1 | 104 |
| 7 | - | 0,1 | 103 |
| 8 | - | 0,1 | 97 |
| 9 | - | 0,1 | 104 |
| 10 | - | 0,1 | 98 |
| 11 | - | 0,1 | 105 |
| 12 | - | 0,1 | 95 |
| 13 | - | 0,1 | 104 |
| 14 | - | 0,1 | 104 |
| 15 | - | 0,1 | 103 |
| 16 | - | 0,1 | 98 |
| 17 | - | 0,1 | 106 |
| 18 | - | 0,1 | 103 |
| 19 | - | 0,1 | 100 |
| 20 | - | 0,1 | 105 |
| Promedio | 0,0 | 0,100 | 101,5 |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 8 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

| | | | |
|------------------|-------|--------|-----|
| Desv. estandar | 0,000 | 0,00 | 3,3 |
| CV (%) | ----- | 0,00 | 3,3 |
| Valor Esperado | NA | 0 | 100 |
| % Error relativo | | 0,00 | 1 |
| Exactitud | NA | 100,00 | 99 |
| % Recuperación | NA | 100,00 | 101 |
| Mínimo | - | 0,10 | 95 |
| Máximo | - | 0,10 | 106 |
| Número de datos | 20 | 20 | 20 |

Para el rechazo de datos se usa la prueba estadística T, en donde para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hace necesario el rechazo de ningún dato con un límite de confiabilidad del 95%.

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 0,1 mL/L y 100 mL/L así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable.

Tabla 5. Determinación Del Criterio De Aceptación Para RPD DE MUESTRAS

| N°. Mediciones | Identificación muestra | Resultado a | Resultado b | Valor promedio de los resultados a y b | % RPD |
|----------------|------------------------|-------------|-------------|--|---------|
| 1 | M1 | 0,4 | 0,35 | 0,38 | 13,3333 |
| 2 | M1 | 2,50 | 2,20 | 2,35 | 12,7660 |
| 3 | M1 | 2,00 | 1,90 | 1,95 | 5,1282 |
| 4 | M1 | 1,20 | 1,10 | 1,15 | 8,6957 |
| 5 | M1 | 1,00 | 0,90 | 0,95 | 10,5263 |
| 6 | M1 | 1,50 | 1,50 | 1,50 | 0,0000 |
| 7 | M1 | 1,70 | 1,50 | 1,60 | 12,5000 |
| 8 | M1 | 2,00 | 1,80 | 1,90 | 10,5263 |
| 9 | M1 | 1,40 | 1,20 | 1,30 | 15,3846 |
| 10 | M1 | 2,10 | 2,00 | 2,05 | 4,8780 |
| 11 | M2 | 0,1 | 0,10 | 0,10 | 0,0000 |
| 12 | M2 | 0,3 | 0,30 | 0,30 | 0,0000 |
| 13 | M2 | 0,3 | 0,25 | 0,28 | 18,1818 |
| 14 | M2 | 0,3 | 0,30 | 0,30 | 0,0000 |
| 15 | M2 | 0,3 | 0,30 | 0,30 | 0,0000 |
| 16 | M2 | 0,5 | 0,45 | 0,48 | 10,5263 |
| 17 | M2 | 0,1 | 0,10 | 0,10 | 0,0000 |
| 18 | M2 | 0,1 | 0,10 | 0,10 | 0,0000 |
| 19 | M2 | 0,6 | 0,55 | 0,58 | 8,6957 |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 9 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

| | | | | | |
|-------------------|----|------|------|------|---------------|
| 20 | M2 | 0,1 | 0,10 | 0,10 | 0,0000 |
| 21 | M3 | 3,00 | 2,50 | 2,75 | 18,1818 |
| 22 | M3 | 2,6 | 2,20 | 2,40 | 16,6667 |
| 23 | M3 | 4,6 | 4,10 | 4,35 | 11,4943 |
| 24 | M3 | 3,2 | 2,80 | 3,00 | 13,3333 |
| 25 | M3 | 3 | 2,90 | 2,95 | 3,3898 |
| 26 | M3 | 2,5 | 2,40 | 2,45 | 4,0816 |
| 27 | M3 | 3,6 | 3,50 | 3,55 | 2,8169 |
| 28 | M3 | 3,1 | 2,90 | 3,00 | 6,6667 |
| 29 | M3 | 3,2 | 3,00 | 3,10 | 6,4516 |
| 30 | M3 | 2,2 | 1,90 | 2,05 | 14,6341 |
| 31 | M4 | 6,6 | 5,50 | 6,05 | 18,1818 |
| 32 | M4 | 8,40 | 8,30 | 8,35 | 1,1976 |
| 33 | M4 | 7,40 | 6,90 | 7,15 | 6,9930 |
| 34 | M4 | 7,50 | 6,90 | 7,20 | 8,3333 |
| 35 | M4 | 6,90 | 6,60 | 6,75 | 4,4444 |
| 36 | M4 | 6,10 | 5,50 | 5,80 | 10,3448 |
| 37 | M4 | 6,00 | 5,80 | 5,90 | 3,3898 |
| 38 | M4 | 5,70 | 5,50 | 5,60 | 3,5714 |
| 39 | M4 | 5,90 | 4,90 | 5,40 | 18,5185 |
| 40 | M4 | 8,70 | 7,70 | 8,20 | 12,1951 |
| PROMEDIO | | | | | 7,9007 |
| DESVIACION | | | | | 6,0948 |

Los valores escogidos para hallar el RPD salen de los datos de confirmación, los cuales se presentan en la tabla 5, los valores presentados no sobrepasan el 20% por lo cual se escoge un porcentaje de RPD <20%.

1.2.7 Cálculos y análisis de resultados

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 0,1 mL/L y 100 mL/L así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable. Agua superficial, agua subterránea, agua residual doméstica y agua residual industrial.

1.2.8 Resumen del desempeño analítico

La confirmación del método SM 2540F, para muestras de agua superficial, subterránea y residuales que llegan al laboratorio de aguas queda con la metodología establecida de acuerdo a las siguientes condiciones de trabajo:

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  Vigilancia y Educación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES | | FECHA | |
| | SM 2540-F | | PÁGINA | 10 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

Tabla 6. Condiciones iniciales de trabajo

| VOLUMEN DE MUESTRAS | TIEMPO MÁXIMO DE ALMACENAMIENTO | TIEMPO DE SEDIMENTACIÓN DE LA MUESTRAS | AGITACIÓN DE LA MUESTRAS | REPOSAR DURANTE |
|---------------------|--|--|---|-----------------|
| 1 litro | 7 días Pero se recomienda realizar el análisis dentro de las 24 horas posteriores a la recolección. | 45 minutos | Se realiza en forma circular y cerca de las paredes internas. | 15 minutos |

Tabla 7. Intervalo de medición del método

| | |
|--|----------------|
| Intervalo de Medicion del método | 0,1 – 100 mL/L |
| Limite de Cuantificacion del método | 0,1 mL/L |
| Limite de Maximo de Deteccion del método | 100 mL/L |

TABLA 8. Índice de la capacidad del método

| ALERTA SUPERIOR | ALERTA INFERIOR | CONTROL SUPERIOR | CONTROL INFERIOR |
|-----------------|-----------------|------------------|------------------|
| 105,57 | 95,9 | 108,0 | 93,5 |

TABLA 9. Controles para duplicados de muestras MD

| Desviación | Promedio | Alerta | Control |
|------------|----------|---------|---------|
| 6,0948 | 13,9956 | 20,0904 | 26,1852 |

Tabla 10. Controles de calidad analítica del método

| SÓLIDOS TOTALES SM 2540 F | | | | | | | |
|---------------------------|----------|-----------|-----------|---------------|-----------|-----------|---------------|
| MB | LFB | MREF | LFM | MD | LFMD | MDL Y MRL | CARTA CONTROL |
| Por Lote | Por Lote | NO APLICA | NO APLICA | Por Lote %RPD | NO APLICA | NO APLICA | LFB MD |

Si los resultados de los análisis cumplen con los criterios de control de calidad, se debe reportar en el formato FO-EX-LA-xx en unidades de concentración en mL/L Sólidos sedimentables, con 2 cifras significativas teniendo en cuenta cifras significativas y redondeo.

1.2.9 Rechazo de datos dudosos

Para el rechazo de datos se usa la PRUEBA ESTADÍSTICA T. En donde si T calculada es mayor que T de la tabla de valores críticos T para rechazo de datos, el dato se puede rechazar (para n mediciones y un nivel de confiabilidad de un 95%).

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|--|--|---------------------|------------------|-------------|
|  Vigilancia Mineducación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES | | FECHA | |
| | SM 2540-F | | PÁGINA | 11 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | c. APROBÓ | |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | |

Para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hizo necesario el rechazo de ningún dato.

1.2.10 Recomendaciones

- Utilizar los implementos de seguridad en el momento de manipular las muestras con el fin de evitar algún tipo de riesgo biológico o químico.
- Mantener el sitio de trabajo limpio y ordenado, libres objetos que puedan estorbar durante el tiempo de trabajo.
- Mientras trabajo con cualquier reactivo químico deben usarse los implementos adecuados de protección como guantes, bata, mascarillas con filtros adecuados, lentes de protección y tapabocas.
- Nunca pipetear ninguno de los reactivos anteriormente descritos con la boca. Para este fin se deben usar los equipos pertinentes.
- Si se derraman cualquier reactivo debe ser recogido o limpiado inmediatamente para evitar contactos posteriores e inesperados con él.

1.2.11 Bibliografía

APHA, 2017. Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater. Edición 23. Washington. APHA, AWWA, WEF. 2340 F

Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI EX LA 09

1.2.12 Metodología para calcular la incertidumbre.

La metodología que se utilizó para determinar el cálculo de incertidumbre se describe en la Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI EX LA 09.

Datos de las matrices utilizadas para la determinación del cálculo de la incertidumbre con el método de la repetitividad

Tabla 11. Estimación de la contribución de las fuentes aleatorias.

| Item No. | Resultados muestra M1 superficial | Resultados muestra M2 subterránea | Resultados muestra M3 residual doméstica | Resultados muestra M4 residual industrial | Unidades |
|----------|-----------------------------------|-----------------------------------|--|---|----------|
| 1 | 0,4 | 0,1 | 3,00 | 6,6 | ml/L |
| 2 | 2,50 | 0,3 | 2,6 | 8,40 | ml/L |
| 3 | 2,00 | 0,3 | 4,6 | 7,40 | ml/L |
| 4 | 1,20 | 0,3 | 3,2 | 7,50 | ml/L |
| 5 | 1,00 | 0,3 | 3 | 6,90 | ml/L |
| 6 | 1,50 | 0,5 | 2,5 | 6,10 | ml/L |
| 7 | 1,70 | 0,1 | 3,6 | 6,00 | ml/L |
| 8 | 2,00 | 0,1 | 3,1 | 5,70 | ml/L |
| 9 | 1,40 | 0,6 | 3,2 | 5,90 | ml/L |
| 10 | 2,10 | 0,1 | 2,2 | 8,70 | ml/L |
| 11 | 0,35 | 0,10 | 2,50 | 5,50 | ml/L |
| 12 | 2,20 | 0,30 | 2,20 | 8,30 | ml/L |
| 13 | 1,90 | 0,25 | 4,10 | 6,90 | ml/L |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES | | FECHA | |
| | SM 2540-F | | PÁGINA | 12 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

| | | | | | |
|--|---------------|---------|--------|--------|------|
| 14 | 1,10 | 0,30 | 2,80 | 6,90 | ml/L |
| 15 | 0,90 | 0,30 | 2,90 | 6,60 | ml/L |
| 16 | 1,50 | 0,45 | 2,40 | 5,50 | ml/L |
| 17 | 1,50 | 0,10 | 3,50 | 5,80 | ml/L |
| 18 | 1,80 | 0,10 | 2,90 | 5,50 | ml/L |
| 19 | 1,20 | 0,55 | 3,00 | 4,90 | ml/L |
| 20 | 2,00 | 0,10 | 1,90 | 7,70 | ml/L |
| Promedio, Xp | 1,51 | 0,3 | 2,8625 | 6,4313 | |
| Desv estándar, s | 0,579 | 0,179 | 0,576 | 1,077 | |
| DER | 0,383 | 0,672 | 0,201 | 0,167 | |
| No. de datos, n | 20 | 20 | 20 | 20 | |
| DER²*(n-1) | 2,7886 | 8,5919 | 0,7695 | 0,5327 | |
| (n-1) sumaDER²*(n-1) | 19 | 19 | 19 | 19 | |
| suma(n-1) | | 12,6827 | | | |
| | | 76 | | | |
| DER_T | 0,4085 | | | | |

Tabla 12. Estimación de la contribución de las fuentes sistemáticas

| Recuperación material de referencia | | | | |
|-------------------------------------|------------------------|-----------------------------|--------------------------------|---|
| Incertidumbre: | No aplica | Factor de cobertura: | 2 | Marca: No aplica |
| Valor de referencia: | 100 | Unidades: | ml/L | Lote o fecha de vencimiento: No aplica |
| No. Mediciones | Resultado experimental | Sesgo | Porcentaje de recuperación (%) | Recuperación |
| 1 | 101 | 1,000 | 101,0 | 1,010 |
| 2 | 104 | 4,000 | 104,0 | 1,040 |
| 3 | 97 | -3,000 | 97,0 | 0,970 |
| 4 | 97 | -3,000 | 97,0 | 0,970 |
| 5 | 101 | 1,000 | 101,0 | 1,010 |
| 6 | 104 | 4,00 | 104,0 | 1,040 |
| 7 | 103 | 3,00 | 103,0 | 1,030 |
| 8 | 97 | -3,00 | 97,0 | 0,970 |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 13 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

| | | | | |
|--|-----|-------|-------|----------------|
| 9 | 104 | 4,00 | 104,0 | 1,040 |
| 10 | 98 | -2,00 | 98,0 | 0,980 |
| 11 | 105 | 5,00 | 105,0 | 1,050 |
| 12 | 95 | -5,00 | 95,0 | 0,950 |
| 13 | 104 | 4,00 | 104,0 | 1,040 |
| 14 | 104 | 4,00 | 104,0 | 1,040 |
| 15 | 103 | 3,00 | 103,0 | 1,030 |
| 16 | 98 | -2,00 | 98,0 | 0,980 |
| 17 | 106 | 6,00 | 106,0 | 1,060 |
| 18 | 103 | 3,00 | 103,0 | 1,030 |
| 19 | 100 | 0,00 | 100,0 | 1,000 |
| 20 | 105 | 5,00 | 105,0 | 1,050 |
| Recuperación promedio, R_p | | | | 1,0145 |
| Desviación estándar de los valores de recuperación, S_{Rp} | | | | 0,0335 |
| Número de valores de recuperación, n | | | | 20 |
| Incertidumbre estándar en la recuperación promedio, U(R_p) | | | | 0,00749 |
| Incertidumbre estándar relativa MRC, u(X_{ret})/x_{ret} | | | | --- |

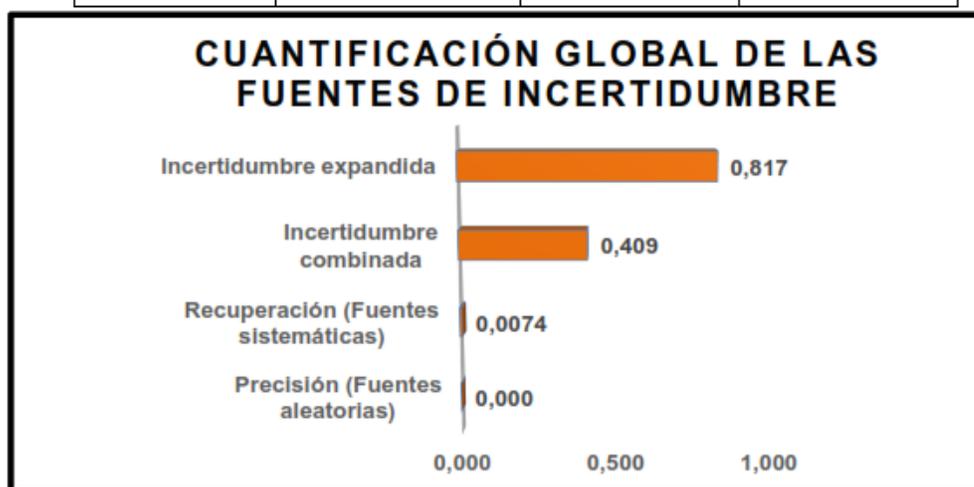
| Evaluación de la trazabilidad química | |
|---|--------|
| Factor de recobro significativamente diferente de 1? | |
| a (%) | 4,55% |
| Nivel de confianza | 95,45% |
| Grados libertad n-1 | 19 |
| t_{exp} (valor absoluto) | 1,9370 |
| t_{crit} (valor absoluto) | 2,1405 |

| CUANDO NO SE UTILIZA MR | |
|--|---------|
| t_{exp} < t_{crit} | |
| Incertidumbre combinada total (U_c) : | ± 0,409 |
| Incertidumbre expandida del método (U_{exp}): | ± 0,817 |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|------------------|----------------|-------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 0 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 14 de 16 |
| a. ELABORÓ | b. REVISÓ | c. APROBÓ | | |
| Equipo operativo del proceso | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | | |

| ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE - CUANDO SE UTILIZA MR Y t_{crit} | | | |
|--|--|-------------------------------------|--|
| Fuente global de incertidumbre | Valor x (Valor de la magnitud de entrada) | Incertidumbre estándar, u(x) | Incertidumbre estándar relativa, u(x)/x |
| Precisión (Fuentes aleatorias) | 1 | | |
| Recuperación (Fuentes sistemáticas) | 1,015 | 0,0075 | 0,0074 |
| Incertidumbre combinada | ---- | ---- | ---- |
| Incertidumbre expandida | ---- | ---- | ---- |



INCERTIDUMBRE EXPANDIDA MÉTODO DE REPETITIVIDAD

U_e: ± 0,817

****Copia No Controlada****

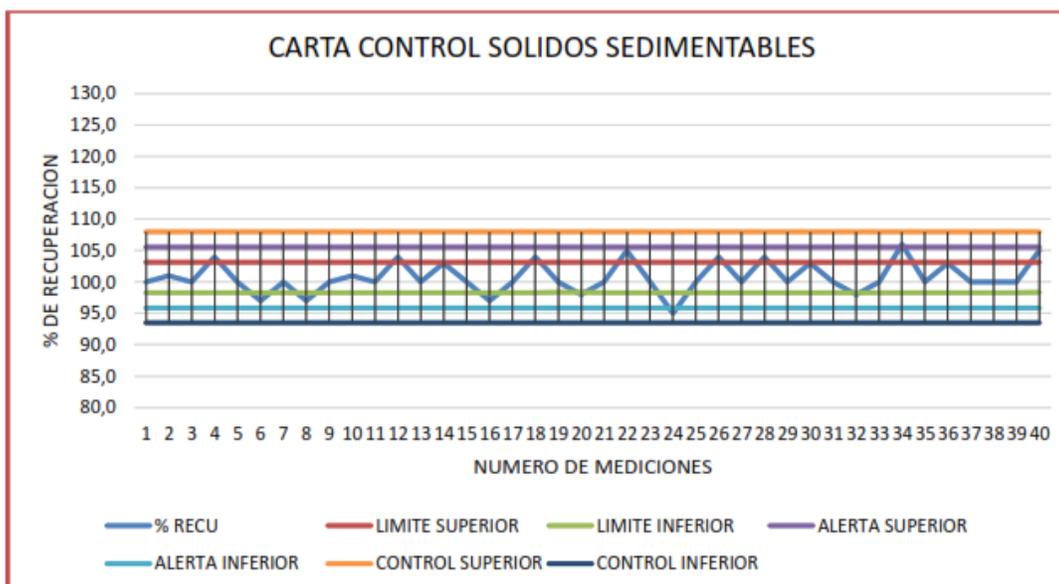
| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | | | VERSIÓN | 0 |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 15 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

2 CONTROL DE CAMBIOS

| VERSIÓN | DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO | FECHA | RESPONSABLE APROBACIÓN |
|---------|------------------------|-------|------------------------|
| | | | Líder de Calidad |

7. ANEXOS

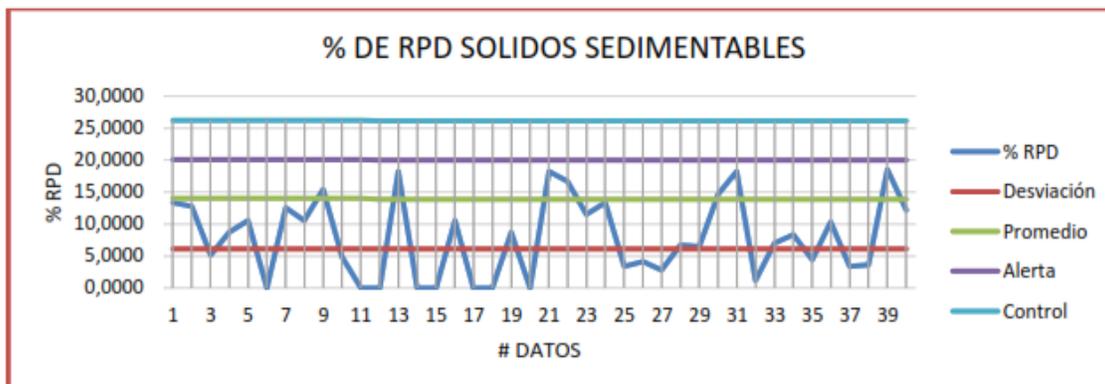
ANEXO 1: GRÁFICA DEL INDICE DE LA CAPACIDAD DEL METODO



Copia No Controlada

| | | | | |
|---|--|---------------------|----------------|------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA-xx |
| | VALIDACIÓN DE SÓLIDOS SEDIMENTABLES SM 2540-F | | VERSIÓN | 0 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 16 de 16 |
| a. ELABORÓ | | b. REVISÓ | | c. APROBÓ |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | | Líder de Calidad |

ANEXO 2: MUESTRA DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):



****Copia No Controlada****

Anexo 8.

Protocolo de análisis método de acidez total.

| | | | | |
|---|---|------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 1 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

1.1 GENERALIDADES:

1.1.1 Objetivo

Realizar el análisis de ACIDEZ mediante el método Titulométrico, basados en el Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater, SM 2310- B de la Edición 23 del año 2017, para matrices acuosas de agua residual industrial, residual doméstica, subterránea, superficial y de potable.

1.1.2 Definiciones:

- **Muestra:** Análiticamente (equivalente a espécimen), es una parte representativa de la totalidad del material que ha de someterse a ensayo. Estadísticamente, es un conjunto de datos obtenidos de una población.
- **Rangos de aplicación:** Intervalo de concentración donde actúa el método en cuestión. El intervalo de trabajo de un método de análisis es aquel intervalo entre dos concentraciones de un analito en una muestra, para la cual se podría mostrar, que el método tiene suficiente precisión y exactitud, y muestra linealidad.
- **Análisis:** Operación técnica que permite detectar y/o determinar un parámetro analítico, o caracterizar una muestra o un material de acuerdo a un procedimiento.
- **Registro:** Documento que proporciona pruebas objetivas de las actividades realizadas o de los resultados logrados.
- **Conservación:** condiciones adecuadas de refrigeración para mantener las condiciones iniciales de una muestra.
- **Purgar:** flujo líquido que se utiliza para eliminar una acumulación de sustancias inherentes o indeseables en el proceso.
- **Solución madre:** Solución estándar concentrada que se utiliza para preparar calibradores.
- **Solución estándar:** Solución de concentración conocida, preparada a partir de material caracterizado.
- **Sustancia interferente:** Sustancia distinta del analito que da una respuesta analítica similar o que altera el resultado analítico.
- **Indicador:** Reactivo o sustancia capaz de cambiar el punto de inflexión en una reacción.
- **Titulación:** método químico cuantitativo que se utiliza para determinar la concentración desconocida de un reactivo conocido.
- **Aforar:** llevar un líquido contenido en un recipiente de mayor exactitud hasta cierta marca o aforo.
- **Exactitud:** En los ensayos cuantitativos, la exactitud expresa el grado de acuerdo entre el valor verdadero y el valor obtenido después de repetir el ensayo cierto número de veces. La exactitud se ve afectada por los errores sistemáticos y los errores aleatorios.
- **Calibración:** Proceso formal que proporciona evidencia documentada de que un equipo es apropiado para un uso establecido y que se desempeña para una especificación.
- **Material de referencia certificado (MRC):** Material de referencia del cual se han certificado por un procedimiento técnico los valores de una o más propiedades y que se acompaña de un certificado u otra documentación expedidos por un organismo de certificación o cuya historia puede rastrearse hasta dicho certificado o documentación.
- **Metrología:** Ciencia que desarrolla, optimiza y aplica procesos químicos de medida encaminados a obtener información analítica de calidad.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---------------------------------|------------------|---------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 2 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

- **Lote o tanda de análisis:** Conjunto completo de muestras analíticas con un número adecuado de patrones y muestras de control de calidad para su validación. Según el caso, varias tandas (o lotes) pueden terminarse en un día, o una tanda (o lote) puede llevar varios días.
- **Riesgo:** Es la probabilidad de ocurrencia de un evento.
- **Accidente de trabajo:** Suceso repentino que sobreviene por causa o con ocasión del trabajo y que produce en el trabajador daños a la salud.
- **Residuo líquido:** Sustancia o elemento en forma líquida que resulta del desarrollo de una actividad o proceso y que es desechado por quien lo genera.

1.2 DESCRIPCIÓN:

1.2.1 Principio del método y aplicación.

Se define como acidez total del agua, a su capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte a un valor de pH determinado. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado en la determinación. La acidez es una medida de una propiedad agregada del agua y puede ser interpretada en términos de sustancias específicas solamente cuando la composición química de la muestra se conoce. Los ácidos minerales fuertes, los ácidos débiles como el Ácido Carbónico y el Ácido Acético, y ciertas sales hidrolizables como los Sulfatos de Hierro y Aluminio pueden contribuir al valor de la acidez medida de acuerdo al método seleccionado para su determinación.

El principio del método se basa en la presencia de los iones de hidrogeno presentes en la muestra como resultado de las disociaciones o de las hidrolisis, que reaccionan con las adiciones agregadas de una solución alcalina estándar hasta alcanzar el punto final a pH 8.3 a 25 °C ± 5 °C, o en su defecto utilizar un equipo medidor de pH con compensación de temperatura, valor generalmente aceptado como punto final estándar para la valoración de la acidez total.

1.2.2 Equipos, Materiales y Reactivos

1.2.2.1 Equipos.

- Balanza analítica BOECO, modelo BBL31, resolución 0,0001g, código del equipo LA 08.
- Balanza analítica RADWAG, modelo AS 310.RS PLUS, con división de escala 0,0001g, código del equipo LA 79.
- Balanza analítica PRECISA XB 220 A, con precisión de 0,0001gr, código del equipo LA09.
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, número de inventario 166001.174.050 y código del equipo LA16.
- Nevera POLO NORTE TI-07R, rango de temperatura 4-12°C, N° inventario 166501.165.066, código del equipo LA02.
- Plancha de calentamiento y agitación LA29 N° inventario 166001.024
- Plancha de calentamiento de vitroceramica, marca SCHOOT, modelo SLK2, serial 902755 y código del equipo LA30
- Sistema de ósmosis inversa PURE-PRO RO-132, agua desionizada, código del equipo LA10, N° inventario 160011399.002.200 y serial 25003980.
- Agitador magnético Heidolph MR Hei-Mix S y código del equipo LA20.
- pH metro, Schott Lab 850 y código del equipo LA22.
- Bureta de vidrio

1.2.2.2 Materiales Utilizados

- Balones aforados clase A de 50ml +/- 0,06; 100ml +/- 0,01; y 1000ml +/- 0,04 ml
- Bureta de 50 ml EX + 30s Glassco clase A
- Erlenmeyer de 250 ml

| | | | | |
|---|---|------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 3 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

- Pipetas aforadas clase A, de 50 ml Exp. 20°C y 100 ml Exp. 20°C
- Pipetas aforadas clase A, de 1ml, 5 ml, 10 ml
- Vasos precipitados 250ml, 100 ml, 50ml
- Espátula
- Desecador
- Frascos de almacenamiento ámbar
- Frasco lavador con agua des ionizada.

1.2.2.3 Reactivos

- **Agua des-ionizada:**
Se recomienda usar agua des-ionizada con una conductividad ≤ 2 , para la preparación de todas las soluciones; ya sean denominadas como estándares de corrida y reactivos del protocolo respectivo.
- **Agua destilada libre de CO₂:** utilizar agua destilada fresca, someterla a calentamiento hasta ebullición cubriendo con un vidrio reloj durante 15 minutos, y enfriar a temperatura ambiente bajo una atmósfera en lo posible libre de CO₂, el agua debe cumplir con una conductividad menor o igual de 2 μ mhos/cm (2 μ S/cm) y un pH mayor a 6,0, preparar todas las soluciones stock, patrones y agua de dilución con esta agua.
- **Solución indicadora de fenolftaleína, alcohólica, indicador de pH 8.3**
- **Solución estándar de Hidrógeno Ftalato de Potasio (KHC₈H₄O₄) 0,05N:** Pulverizar 15 gramos de Hidrógeno Ftalato de Potasio estándar primario (± 100 mesh) y secar a 120°C aproximadamente por 2 horas, enfriar en un desecador, pesar 10 g \pm 0,5 g, disolver con agua destilada libre de CO₂ y aforar la solución a 1 litro.
- **Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N:** Pesar 4 g de Hidróxido de Sodio, disolver con agua destilada y aforar a 1 litro. Estandarizar esta solución titulando 25 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y agregar 50 mL de agua libre de CO₂ hasta pH 8,3. El hidróxido de sodio es un reactivo higroscópico por tal motivo presenta variaciones en su concentración, se recomienda estandarizar esta solución cada vez que se vaya a realizar el análisis.
- **Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,02 N:** Diluir 200 mL de solución de NaOH 0,1N y aforar a 1 litro. Estandarizar esta solución titulando 7 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y agregar 50 mL de agua libre de CO₂ hasta pH 8,3. El hidróxido de sodio es un reactivo higroscópico por tal motivo presenta variaciones en su concentración, se recomienda estandarizar esta solución cada vez que se vaya a realizar el análisis.
- **Solución de carbonato de sodio aproximadamente 0,05N:** Secar de 3 a 5 g de Carbonato de Sodio (Na₂CO₃) estándar primario a 250 °C por 4 horas y enfriar en el desecador. Pesar aproximadamente 2,5 g \pm 0,2 g, transferirlos a un balón aforado de 1 L y diluir hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución. No almacenar por más de una semana. Si no se dispone de carbonato de sodio estándar primario, utilizar reactivo grado analítico y calcular el peso requerido teniendo en cuenta la pureza del reactivo disponible. De manera alterna y para disminuir el consumo de reactivos se puede pesar aproximadamente 0,66 g de Carbonato de Sodio (Na₂CO₃) transferirlos a un balón aforado de 250 mL y diluir hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución.
- **Ácido sulfúrico 0,1 N:** Medir 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado del 95% al 97% y aforar con agua destilada a 1 L (Agregar con precaución y lentamente el ácido sobre el agua).
- **Ácido sulfúrico 0,025 N:** diluir 250 mL de ácido sulfúrico 0,1N con agua destilada y aforar a 1 litro. Estandarizar ésta solución de la siguiente manera: En un vaso de precipitados colocar 15 mL de la solución de Carbonato de Sodio 0,05N y 60 mL de agua, titular potenciométricamente esta solución con el ácido sulfúrico hasta alcanzar un pH cercano a 5, retirar el electrodo, enjuagarlo con agua en el mismo vaso, calentar a ebullición por 3 a 5 minutos tapando el vaso con un vidrio de reloj, dejar enfriar a temperatura ambiente, enjuagar la superficie interna del vidrio de reloj con agua destilada y continuar la titulación hasta pH 4,5. Registrar el valor de volumen total gastado. De manera alterna y para disminuir el

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------------------|------------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 4 de 9 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | |

1. CONTENIDO

consumo de reactivos, estandarizar la solución de ácido sulfúrico utilizando 5 mL de la solución Na_2CO_3 0,05N y 60 mL de agua destilada.

- **Peróxido de Hidrogeno (H_2O_2)** al 30%.
- **Solución estándar de control de 10 mg CaCO_3 /L:** Pesar 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.
- **Solución estándar de control de 1800 mg CaCO_3 /L:** Pesar 7,3453 g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.

Nota: En la preparación de reactivos basados en el peso de una o varias sustancias, registrar siempre la cantidad pesada aunque este valor sea igual al indicado en este procedimiento.

1.2.3 Preparación de la Muestra

1.2.3.1 Límites e Interferencias

La presencia de gases disueltos contribuyen a la Acidez o a la Alcalinidad, como el Dióxido de Carbono (CO_2), sulfuro de hidrogeno (H_2S , gas) o el Amoníaco (NH_3), estos pueden aumentar o disminuir su contenido durante los procesos de muestreo, almacenamiento o titulación. Este efecto se minimiza titulando rápidamente después de abrir el recipiente que contiene la muestra, evitando la agitación vigorosa de la misma, evitando que la muestra entre en contacto con la atmósfera durante el análisis.

También interfieren las sustancias aceitosas, los sólidos suspendidos, los precipitados y otros materiales que puedan recubrir el electrodo y generar lecturas erróneas.

La muestra no se debe filtrar, diluir, concentrar ni alterar de ninguna forma. Se recomienda no remover interferencias de la muestra porque estas pueden contribuir con su acidez. Hacer una pausa entre la adición del Alcalí y la lectura del pH para permitir el equilibrio, o limpiar el electrodo ocasionalmente.

Muestras residuales industriales generalmente o muestras que contengan iones metálicos oxidables o hidrolizables, como iones Férrico, Ferroso, Aluminio, Manganeso, la reacción a temperatura ambiente es lenta y causa desviación del punto final. Para asegurar la oxidación de cationes polivalentes se agrega Peróxido de Hidrogeno, y hervir para acelerar el proceso de hidrolisis.

1.2.3.2 Toma y Preservación de Muestras

Las muestras se deben coleccionar en botellas de vidrio o de plástico y se transportan hasta el laboratorio en refrigeración a temperatura de $\leq 6^\circ\text{C}$. Realice el análisis en el momento y sitio de muestreo, o preserve la muestra por enfriamiento a 6°C durante un máximo de 14 días.

El volumen debe ser representativo para realizar el análisis, para realizar por duplicado. Ver Guía de Condiciones generales para la toma de muestra GI-EXLA-06.

1.2.3.3 Procedimiento del Ensayo

El método de acidez total, es aplicable para las matrices acuosas Las cuales se trabajaron en la confirmación del método:

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---------------------------------|------------------|---------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 5 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

MB (Blanco de reactivos)
 LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)
 M1 (Muestra de agua potable)
 M2 (Muestra de agua superficial)
 M3 (Muestra de agua residual domestica)
 M4 (Muestra de agua residual industrial)
 M5 (Muestra de agua subterránea)
 DM(Duplicado de la muestra)

Titulación de la muestra

Nota: Antes de iniciar el análisis de las muestras, realizar el análisis del "Blanco de método", si se cumple con este control de calidad continuar con el análisis del grupo de muestras planificado, en caso contrario registrar la situación y las acciones tomadas en el campo "Observaciones"

- Identificar la muestra a analizar y llevarla a temperatura ambiente.

Nota: "Si se conoce o se sospecha" que la muestra contiene iones metálicos hidrolizables y formas reducidas de cationes polivalentes realizar el siguiente tratamiento con peróxido de hidrógeno: Medir exactamente 100 mL de muestra y transferirlos a un vaso de precipitados de 250 mL, previamente enjuagado con una porción de la muestra, cubrir el vaso con papel vinipel transparente para minimizar la interacción de la muestra con la atmosfera, determinar el valor del pH, si el pH es mayor de 4 adicionar solución de ácido sulfúrico 0,02 N en incrementos de 5 mL para reducir el pH a 4 o menos. Retirar el electrodo. Adicionar 5 gotas de solución de peróxido de hidrógeno H₂O₂ al 30%, y ebulir entre 2 y 5 minutos. Enfriar a temperatura ambiente y continuar con el ensayo.

Nota: Seleccionar el tamaño de la muestra y el titulante para muestras con acidez inferior a aproximadamente 1000mg como carbonato de calcio (CaCO₃)/L, seleccione un volumen con menos de 50 mg de acidez equivalente al CaCO₃ y titule con 0.02N de hidróxido de sodio. Para acidez mayores a aproximadamente 1000mg como CaCO₃ /L, use una porción que contenga una acidez equivalente a menos de 250 mg de CaCO₃ y titule con 0.1N de hidróxido de sodio. Si es necesario, realice una titulación preliminar para determinar el tamaño óptimo de la muestra y la normalidad del valorante.

- Medir exactamente 100 mL de muestra y transferirlos a un vaso de precipitados de 250 mL, previamente enjuagado con una porción de la muestra, cubrir el vaso con papel vinipel transparente para minimizar la interacción de la muestra con la atmosfera, determinar el valor del pH, si es menor de 4,0, titular adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta un pH de 8,3, agitar suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.
- Si el valor de pH de la muestra es mayor de 4,0, agregar ácido sulfúrico 0,02 N en incrementos de 5 mL hasta que el pH sea ≤ 4,0, registrar en el documento de datos de análisis de acidez el valor del volumen adicionado de ácido sulfúrico. Titular adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta un pH de 8,3 agitar suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.
- Registrar los controles de calidad indicados para el método.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---------------------------------|------------------|---------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 6 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

Cálculos

ESTANDARIZACIÓN DEL HIDROXIDO DE SODIO

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{A \times B}{204,22 * C}$$

Dónde:

N_{NaOH} = Normalidad del Hidróxido de Sodio

A = Peso en g de $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ por litro.

B = mL de Solución $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$ tomados para la titulación

C = mL de Solución de NaOH gastados en la titulación

ESTANDARIZACIÓN DEL ACIDO SULFURICO

$$N_{\text{ácido}} = \frac{Ax B}{53,00x V_x V_{\text{Soln}}}$$

Dónde:

$N_{\text{ácido}}$ = Normalidad de la solución de Ácido Sulfúrico.

A = Peso en gramos de Carbonato de Sodio.

B = Volumen de solución de Carbonato de Sodio tomados para la titulación, en mL.

V_{Soln} = Volumen de la solución de Carbonato de Sodio preparada, en litros.

V = Volumen de solución de Ácido Sulfúrico gastada en la titulación, en mL.

53,00 = Peso equivalente del carbonato de sodio, en gramos.

CALCULO DE LA ACIDEZ TOTAL

$$A_t = \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 50.000}{V_m}$$

Dónde:

A_t = Acidez total a pH 8.3 expresada como mg CaCO_3/L .

V_1 = Volumen de solución de Hidróxido de Sodio adicionado hasta obtener un pH 8,3 en mL.

N_1 = Normalidad de la solución estándar de Hidróxido de Sodio.

V_m = Volumen de muestra, en mL.

50.000= 50mg $\text{CaCO}_3/\text{meq} \times 1000\text{mL/L}$.

V_2 = Volumen de solución de Ácido Sulfúrico gastado.

N_2 = Normalidad del Ácido Sulfúrico.

Nota: Registrar oportunamente la información solicitada en los siguientes documentos y relacionada con este análisis:

- Preparación de reactivos.
- Formato de análisis de acidez.
- Carta de control respectiva del método.
- Estandarización de soluciones.

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---------------------------------|------------------|---------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 7 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

1.2.3.4 Limpieza de Material

Para que los resultados obtenidos en el laboratorio sean confiables se ha de mantener el área de trabajo adecuadamente limpia y organizada, se debe limpiar el material a utilizar en las condiciones estipuladas, para evitar cualquier contaminación de materia orgánica u otro material interferente en el resultado.

El material de vidrio, volumétrico y aforado se debe lavar con Extran al 3% y dejar en él unos minutos, después se enjuaga con abundante agua y luego con agua desionizada.

1.2.4 Controles de calidad analíticos

En la siguiente tabla se muestran los porcentajes a tener en cuenta para la determinación de la dureza total.

Formulas Para Control Analítico

% RECUPERACION PARA LFB:

$$\% \text{ Recuperación LFB} = \frac{\text{Valor real}}{\text{Valor teorico}} \times 100$$

MUESTRA DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):

$$RPD = \frac{[M - MD]}{[M + MD]/2} \times 100$$

M: [] determinada de M

MD: [] determinada de MD

El porcentaje de RPD, se utiliza para hallar la precisión del método

Con el fin de mantener un control analítico en el desarrollo de los análisis de rutina, se ejecutan con frecuencia los siguientes controles: estándares de control, material de referencia duplicado y blanco de reactivo; los cuales se registran en la siguiente tabla.

Tabla 3. Condiciones Definidas de Trabajo

| Solución titulante | pH inicial | Punto Final |
|-----------------------------------|------------|-------------|
| HIDROXIDO DE SODIO 01 N O 0,02 | sea ≤ 4,0 | 8,3 |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | | | VERSIÓN | XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 8 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

Tabla 4 Intervalo de medición del método.

| INTERVALO DE MEDICIÓN DEL MÉTODO | 10 – 1800 mg /l |
|--|-----------------|
| Límite de cuantificación del método LDC | 2,9 mg /l |
| Límite máximo de cuantificación del método | 1800mg/l |

Tabla 5. Frecuencias de control de calidad analítica.

| DUREZA TOTAL SM 2340 C | | | | | | | |
|------------------------|----------|----------------------------|-----------|---------------|-----------|-----------|---------------|
| MB | LFB | MREF | LFM | MD | LFMD | MDL Y MRL | CARTA CONTROL |
| Por Lote | Por Lote | Cada 25 muestras / mensual | NO APLICA | Por Lote %RPD | NO APLICA | NO APLICA | LFB MD |

Tabla 3. Índice de la capacidad del método

| ALERTA SUPERIOR | ALERTA INFERIOR | CONTROL SUPERIOR | CONTROL INFERIOR |
|-----------------|-----------------|------------------|------------------|
| 114,38 | 82,4 | 122,4 | 74,4 |

Tabla 4. Controles para las muestras duplicados MD

| Desviación | Promedio | Alerta | Control |
|------------|----------|---------|---------|
| 4,9655 | 11,6159 | 16,5814 | 21,5468 |

1.2.5 Reporte de Resultados

Si el análisis cumple con los criterios de aceptación analíticos se prosigue a consignar los resultados del análisis en el formato de procesamiento de muestras FO-EXLA-38.

Luego se registra en el software de "SILABSA" en el formato de Resultados de análisis FO-GA-06; teniendo en cuenta que este parámetro se reporta en unidades de concentración de mg CaCO₃ /l utilizando tres cifras significativas en el resultado.

Cuando el valor de la dureza total es menor al límite de reporte mínimo se pone en la casilla de observaciones la concentración real.

1.2.6 Seguridad

De acuerdo con la naturaleza de los reactivos utilizados es necesario cumplir con los lineamientos establecidos en la Guía de Higiene y Bioseguridad GI-EXLA-01, teniendo en cuenta algunas recomendaciones básicas para evitar accidentes como; utilizar elementos de protección personal, manejo y uso de equipos pertinentes, evitar el contacto directo y mantener el área de trabajo limpia y ordenada.

1.2.7 Manejo de Residuos Líquidos

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-XX |
| | ANÁLISIS DE ACIDEZ SM 2310-B | | VERSIÓN | XX |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 9 de 9 |
| ELABORÓ | REVISÓ | APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

1. CONTENIDO

Los residuos líquidos que se generan en el laboratorio de aguas son tratados según la guía de Manejo de Residuos Sólidos y Líquidos GI-EXLA-08 en la cual se describe el tratamiento dado para los correspondientes a la determinación de dureza total. En el laboratorio se encuentran dispuestos los recipientes de recolección de color rojo con su respectiva etiqueta, los cuales son recolectados y registrados por el Profesional a cargo del manejo de residuos, formato de evacuación mensual de residuos sólidos y líquidos FO-EXLA-25 dos veces por semana, o de acuerdo a la generación del laboratorio. Estos se transportan al cuarto de almacenamiento de residuos y la disposición final está a cargo de la empresa certificada, para el caso puntual de este método solo se lo lleva la se dispone cuando se alcanza un volumen aproximado de 1 galón.

1.2.8 Bibliografía

- APHA, 2017. Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater. Edición 23. Washington. APHA, AWWA, WEF. 2340 C
- Procedimiento de Estandarización de métodos analíticos PC-EXLA-07.
- Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI-EX LA-09
- Manual de uso general y control de equipos. MA-EXLA-02

2. CONTROL DE CAMBIOS

| VERSIÓN | DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO | FECHA | RESPONSABLES |
|---------|------------------------|-------|--------------|
| | | | |

Copia No Controlada

Anexo 9.

Protocolo de validación de acidez total.

| | | | | |
|---|-----------------------------------|-------------------|----------------|-----------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EX-LA- |
| | | | VERSIÓN | 01 |
| | VALIDACION DE ACIDEZ TOTAL | | FECHA | |
| | SM 2310-B | | PÁGINA | 1 de 22 |
| 1.5 ELABORÓ | 1.6 REVISÓ | 1.7 APROBÓ | | |
| Jefe del laboratorio | Equipo Operativo de Calidad | Líder de Calidad | | |

| 1. CONTENIDO |
|---|
| <p>1.1 GENERALIDADES:</p> <p>1.1.1 OBJETIVO</p> <p>Establecer la metodología correspondiente para la validación o confirmación de Acidez Total, basados en el Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater, SM 2310-B de la Edición 23 del año 2017 para matrices acuosas de agua residual industrial, residual doméstica, subterránea, superficial y potable, determinando las variables de Límite de Cuantificación (LDC), e Intervalo de la medición en el Laboratorio de Aguas – Sede Campos Elíseos.</p> <p>1.1.2 DEFINICIONES:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Validación: Confirmación de un método analítico, mediante estudios de laboratorio, de que se cumplen todos las características de funcionamiento del método satisfaciendo los requisitos particulares de los análisis previstos. • Concentración: Cantidad de una sustancia, expresada en unidades de masa o moles, que hay en una unidad de volumen de fluido. • Límite de Cuantificación (LDC): Concentración establecida que produce una señal suficientemente más grande que la del blanco y que puede ser detectada dentro de los límites especificados por el laboratorio de análisis durante condiciones operacionales de rutina. El menor contenido mensurable que permite cuantificar el analito con un grado razonable de exactitud y precisión. • Estándar (patrón) de referencia: Estándar, generalmente de la mejor calidad disponible en un determinado lugar, del que se derivan las mediciones hechas en ese lugar. Adición de una cantidad fija de una sustancia conocida que no se encuentra presente como constitutiva del espécimen, a fin de identificar o cuantificar otros componentes. Las características fisicoquímicas del estándar interno deben aproximarse lo más posible a las del analito. Compuesto de laboratorio que se añade a los patrones de calibración y las muestras con una concentración conocida y constante para facilitar la cuantificación del analito buscado. • Estándar (patrón) primario: Estándar o patrón que tiene las mejores calidades metrológicas en un campo determinado. • Muestra: Analíticamente, es una parte representativa de la totalidad del material que ha de someterse a ensayo. Estadísticamente, es un conjunto de datos obtenidos de una población. • Rango de cuantificación: El rango de concentraciones, incluidos los límites inferior y superior de cuantificación, que pueden ser cuantificadas de forma fiable y reproducible, y con exactitud y precisión, a través de la relación entre la concentración y la respuesta. • Muestra añadida: Material de ensayo que contiene una adición conocida de analito. • Muestra en blanco: Especimen o muestra que no contiene el analito. • Muestras duplicadas: Dos alícuotas de una muestra que se analizan al mismo tiempo. • Mediciones Quimiométricas: Conjunto de operaciones que tienen por objeto determinar el valor de una cantidad, de acuerdo a los lineamientos estadísticos de control de calidad para una validación o confirmación. |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 2 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

- **Curva de calibración:** Relación existente entre la respuesta de señales del instrumento y diversas concentraciones del analito en un disolvente o matriz apropiado.
- **Desviación estándar (o típica):** Dato estadístico que muestra la extensión o dispersión de las puntuaciones en una distribución de éstas. Se calcula determinando la raíz cuadrada de la varianza. Se aplica a toda clase de mediciones repetidas, por ejemplo, entre lotes, dentro de un mismo lote, en la repetibilidad y en la reproducibilidad.
- **Coefficiente de variación (o desviación estándar relativa):** Medida utilizada para comparar la dispersión o variación en grupos de mediciones. Es el cociente entre la desviación estándar y la media, multiplicada por 100 para expresarla en porcentaje del promedio.
- **Ensayo (o prueba):** Operación técnica que consiste en determinar una o más características o comportamientos de un producto, material, equipo, organismo, fenómeno físico, proceso o servicio dado, de conformidad con un procedimiento especificado.
- **Error:** Acción considerada incorrecta o equivocada.
- **Error aleatorio:** Componente del error total de una medición que varía de forma impredecible. Ello hace que los distintos resultados queden a ambos lados del valor promedio.
- **Error sistemático:** Componente del error total de una medición que varía de forma constante. Ello hace que todos los resultados sean erróneos en el mismo sentido.
- **Errores crasos:** Los errores crasos poseen características básicas semejantes a los errores sistemáticos pero su magnitud es notablemente superior. Son bastante fáciles de detectar y de eliminar. Causas: Ejecución inadecuada de los métodos de medición. Falta de entrenamiento del personal. Operación inadecuada de equipos. Condiciones ambientales no adecuadas.
- **Error total:** Suma de errores aleatorios y sistemáticos.
- **Exactitud (sesgo, veracidad):** Capacidad para obtener un resultado verdadero. En los ensayos cuantitativos, la exactitud expresa el grado de acuerdo entre el valor verdadero y el valor obtenido después de repetir el ensayo cierto número de veces. La exactitud se ve afectada por los errores sistemáticos y los errores aleatorios.
- **Repetibilidad:** Grado de acuerdo entre los resultados de mediciones sucesivas de un mismo analito realizadas en condiciones repetibles, por ejemplo, el mismo método, el mismo material, el mismo operador, el mismo laboratorio, y en un período de tiempo breve. Los resultados deben expresarse en términos de desviación estándar de la Repetibilidad, coeficiente de variación de la repetibilidad o intervalo de confianza del valor medio.
- **Reproducibilidad (en laboratorio):** Grado de acuerdo entre los resultados de mediciones del mismo mensurando realizadas en condiciones de medición distintas.
- Designa también la precisión del método en las mismas condiciones de trabajo en un período corto de tiempo.
- **Precisión:** Grado de acuerdo (o desacuerdo) entre los resultados independientes de ensayos obtenidos en condiciones prescritas. Por lo general depende de la concentración del analito, dependencia que debe determinarse y documentarse. La precisión se expresa normalmente como imprecisión y se calcula como desviación estándar de los resultados de los ensayos.
- Una mayor imprecisión se traduce en una desviación estándar también mayor.
- **% Recuperación:** Término utilizado en química analítica que se mide añadiendo una cantidad conocida de analito en una matriz en blanco y comparando el resultado con la cantidad realmente reflejada en el análisis.
- **Límite de confianza:** Cantidad, magnitud o número máximo o mínimo prescrito o especificado. Serie de valores que comprende el valor verdadero con un determinado grado de probabilidad. Este grado de probabilidad se llama grado de confianza.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 3 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

- **Laboratorio:** Instalaciones donde se realizan análisis a cargo de personal calificado con equipo adecuado.
- **Material de referencia certificado (MRC):** Material de referencia del cual se han certificado por un procedimiento técnico una o más propiedades, que va acompañado de un certificado o de otra documentación expedido(a) por un organismo de certificación relacionado(a) con esa documentación.
- **Método (o método analítico):** Procedimiento detallado (definido) para realizar un análisis.
- **Patrón externo:** Patrón preparado directamente con una sustancia de referencia, por ejemplo, como solución madre o como serie de diluciones de la solución madre. No se prepara con el mismo tipo de matriz de las o muestras que se analizarán y por consiguiente no es necesaria una extracción antes del análisis.
- **Incertidumbre:** Parámetro asociado con el resultado de una medición que caracteriza la dispersión de los valores que puede atribuirse razonablemente al analito. Estimación que acompaña a los resultados de un análisis y que define el rango de valores en el que se afirma que se sitúa el valor verdadero.
- **Control de calidad:** Sistema general de procedimientos y procesos de laboratorio encaminados a controlar la calidad de los resultados analíticos de un laboratorio.

2. 1. CONTENIDO

1.2 DESCRIPCIÓN:

2.2.1 1.2.1 Principio Del Método Y Aplicación

Se define como acidez total del agua, a su capacidad cuantitativa para reaccionar con una base fuerte a un valor de pH determinado. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado en la determinación. La acidez es una medida de una propiedad agregada del agua y puede ser interpretada en términos de sustancias específicas solamente cuando la composición química de la muestra se conoce. Los ácidos minerales fuertes, los ácidos débiles como el Ácido Carbónico y el Ácido Acético, y ciertas sales hidrolizables como los Sulfatos de Hierro y Aluminio pueden contribuir al valor de la acidez medida de acuerdo al método seleccionado para su determinación.

El principio del método se basa en la presencia de los iones de hidrogeno presentes en la muestra como resultado de las disociaciones o de las hidrolisis, que reaccionan con las adiciones agregadas de una solución alcalina estándar hasta alcanzar el punto final a pH 8.3 a 25 °C ± 5 °C, o en su defecto utilizar un equipo medidor de pH con compensación de temperatura, valor generalmente aceptado como punto final estándar para la valoración de la acidez total.

Copia No Controlada

| | | | | | |
|---|---|-------------------|---------------|----------------|---------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | | VERSIÓN | |
| | | | | FECHA | |
| | | | | PÁGINA | 4 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | | |

1.2.2 Equipos, Materiales y Reactivos

1.2.2.1 Equipos.

- Balanza analítica BOECO, modelo BBL31, resolución 0,0001g, código del equipo LA 08.
- Balanza analítica RADWAG, modelo AS 310.RS PLUS, con división de escala 0,0001g, código del equipo LA 79.
- Balanza analítica PRECISA XB 220 A, con precisión de 0,0001gr, código del equipo LA09.
- Horno Secado Electrónico, MEMMERT Rango de temperatura de 50 a 300°C, número de inventario 166001.174.050 y código del equipo LA16.
- Nevera POLO NORTE TI-07R, rango de temperatura 4-12°C, N° inventario 166501.165.066, código del equipo LA02.
- Plancha de calentamiento y agitación LA29 N° inventario 166001.024
- Plancha de calentamiento de vitroceramica, marca SCHOOT, modelo SLK2, serial 902755 y código del equipo LA30
- Sistema de ósmosis inversa PURE-PRO RO-132, agua desionizada, código del equipo LA10, N° inventario 160011399.002.200 y serial 25003980.
- Agitador magnético Heidolph MR Hei-Mix S y código del equipo LA20.
- pH metro, Schott Lab 850 y código del equipo LA22.
- Bureta de vidrio

1.2.2.2 Materiales Utilizados

- Balones aforados clase A de 50ml +/- 0,06; 100ml +/- 0,01; y 1000ml +/- 0,04 ml
- Bureta de 50 ml EX + 30s Glassco clase A
- Erlenmeyer de 250 ml
- Pipetas aforadas clase A, de 50 ml Exp. 20°C y 100 ml Exp. 20°C
- Pipetas aforadas clase A, de 1ml, 5 ml, 10 ml
- Vasos precipitados 250ml, 100 ml, 50ml
- Espátula
- Desecador
- Frascos de almacenamiento ámbar
- Frasco lavador con agua des ionizada.

2.3 1.2.2.3 Reactivos

- **Agua des-ionizada:**
Se recomienda usar agua des-ionizada con una conductividad ≤ 2 , para la preparación de todas las soluciones; ya sean denominadas como estándares de corrida y reactivos del protocolo respectivo.
- **Agua destilada libre de CO₂:** utilizar agua destilada fresca, someterla a calentamiento hasta ebullición cubriendo con un vidrio reloj durante 15 minutos, y enfriar a temperatura ambiente bajo una atmósfera en lo posible libre de CO₂, el agua debe cumplir con una conductividad menor o igual de 2 μ hos/cm (2 μ S/cm) y un pH mayor a 6,0, preparar todas las soluciones stock, patrones y agua de dilución con esta agua.
- **Solución indicadora de fenolftaleína, alcohólica, indicador de pH 8.3**

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 5 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

- **Solución estándar de Hidrógeno Ftalato de Potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) 0,05N:** Pulverizar 15 gramos de Hidrógeno Ftalato de Potasio estándar primario (± 100 mesh) y secar a 120°C aproximadamente por 2 horas, enfriar en un desecador, pesar $10\text{ g} \pm 0,5\text{ g}$, disolver con agua destilada libre de CO_2 y aforar la solución a 1 litro.
- **Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,1 N:** Pesar 4 g de Hidróxido de Sodio, disolver con agua destilada y aforar a 1 litro. Estandarizar esta solución titulando 25 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y agregar 50 mL de agua libre de CO_2 hasta pH 8,3. El hidróxido de sodio es un reactivo higroscópico por tal motivo presenta variaciones en su concentración, se recomienda estandarizar esta solución cada vez que se vaya a realizar el análisis.
- **Solución de Hidróxido de Sodio (NaOH) 0,02 N:** Diluir 200 mL de solución de NaOH 0,1N y aforar a 1 litro. Estandarizar esta solución titulando 7 mL de solución de Hidrógeno Ftalato de Potasio y agregar 50 mL de agua libre de CO_2 hasta pH 8,3. El hidróxido de sodio es un reactivo higroscópico por tal motivo presenta variaciones en su concentración, se recomienda estandarizar esta solución cada vez que se vaya a realizar el análisis.
- **Solución de carbonato de sodio aproximadamente 0,05N:** Secar de 3 a 5 g de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) estándar primario a 250°C por 4 horas y enfriar en el desecador. Pesar aproximadamente $2,5\text{ g} \pm 0,2\text{ g}$, transferirlos a un balón aforado de 1 L y diluir hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución. No almacenar por más de una semana. Si no se dispone de carbonato de sodio estándar primario, utilizar reactivo grado analítico y calcular el peso requerido teniendo en cuenta la pureza del reactivo disponible. De manera alterna y para disminuir el consumo de reactivos se puede pesar aproximadamente 0,66 g de Carbonato de Sodio (Na_2CO_3) transferirlos a un balón aforado de 250 mL y diluir hasta la marca con agua destilada asegurando la completa disolución.
- **Ácido sulfúrico 0,1 N:** Medir 2,8 mL de ácido sulfúrico concentrado del 95% al 97% y aforar con agua destilada a 1 L (Agregar con precaución y lentamente el ácido sobre el agua).
- **Ácido sulfúrico 0,025 N:** diluir 250 mL de ácido sulfúrico 0,1N con agua destilada y aforar a 1 litro. Estandarizar ésta solución de la siguiente manera: En un vaso de precipitados colocar 15 mL de la solución de Carbonato de Sodio 0,05N y 60 mL de agua, titular potenciométricamente esta solución con el ácido sulfúrico hasta alcanzar un pH cercano a 5, retirar el electrodo, enjuagarlo con agua en el mismo vaso, calentar a ebullición por 3 a 5 minutos tapando el vaso con un vidrio de reloj, dejar enfriar a temperatura ambiente, enjuagar la superficie interna del vidrio de reloj con agua destilada y continuar la titulación hasta pH 4,5. Registrar el valor de volumen total gastado. De manera alterna y para disminuir el consumo de reactivos, estandarizar la solución de ácido sulfúrico utilizando 5 mL de la solución Na_2CO_3 0,05N y 60 mL de agua destilada.
- **Peróxido de Hidrogeno (H_2O_2) al 30%.**
- **Solución estándar de control de 10 mg CaCO_3 /L:** Pesar 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.
- **Solución estándar de control de 1800 mg CaCO_3 /L:** Pesar 7,3453 g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO_2 asegurando la completa disolución.

Nota: En la preparación de reactivos basados en el peso de una o varias sustancias, registrar siempre la cantidad pesada aunque este valor sea igual al indicado en este procedimiento.

2.4 1.2.3 Preparación De La Muestra

2.4.1 1.2.3.1 Límites e interferencias

La presencia de gases disueltos contribuyen a la Acidez o a la Alcalinidad, como el Dióxido de Carbono (CO_2), sulfuro de hidrogeno (H_2S , gas) o el Amoníaco (NH_3), estos pueden aumentar o disminuir su contenido durante los procesos de muestreo, almacenamiento o titulación. Este efecto se minimiza titulando rápidamente después de abrir el

Copia No Controlada

| | | | | | |
|---|---|-------------------|---------------|----------------|---------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | | VERSIÓN | |
| | | | | FECHA | |
| | | | | PÁGINA | 6 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | | |

recipiente que contiene la muestra, evitando la agitación vigorosa de la misma, evitando que la muestra entre en contacto con la atmósfera durante el análisis.

También interfieren las sustancias aceitosas, los sólidos suspendidos, los precipitados y otros materiales que puedan recubrir el electrodo y generar lecturas erróneas.

La muestra no se debe filtrar, diluir, concentrar ni alterar de ninguna forma. Se recomienda no remover interferencias de la muestra porque estas pueden contribuir con su acidez. Hacer una pausa entre la adición del Alkali y la lectura del pH para permitir el equilibrio, o limpiar el electrodo ocasionalmente.

Muestras residuales industriales generalmente o muestras que contengan iones metálicos oxidables o hidrolizables, como iones Férrico, Ferroso, Aluminio, Manganeso, la reacción a temperatura ambiente es lenta y causa desviación del punto final. Para asegurar la oxidación de cationes polivalentes se agrega Peróxido de Hidrogeno, y hervir para acelerar el proceso de hidrolisis

2.4.2 1.2.3.2 Toma y Preservación de la Muestra

Las muestras se deben coleccionar en botellas de vidrio o de plástico y se transportan hasta el laboratorio en refrigeración a temperatura de $\leq 6^{\circ}\text{C}$. Realice el análisis en el momento y sitio de muestreo, o preserve la muestra por enfriamiento a 6°C durante un máximo de 14 días.

El volumen debe ser representativo para realizar el análisis, para realizar por duplicado. Ver Guía de Condiciones generales para la toma de muestra GI-EXLA-06.

1.2.3.3 Procedimiento de ensayo

El método de acidez total, es aplicable para las matrices acuosas Las cuales se trabajaron en la confirmación del método:

MB (Blanco de reactivos)
 LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)
 M1 (Muestra de agua potable)
 M2 (Muestra de agua superficial)
 M3 (Muestra de agua residual domestica)
 M4 (Muestra de agua residual industrial)
 M5 (Muestra de agua subterránea)
 DM(Duplicado de la muestra)

Titulación de la muestra

Nota: Antes de iniciar el análisis de las muestras, realizar el análisis del "Blanco de método", si se cumple con este control de calidad continuar con el análisis del grupo de muestras planificado, en caso contrario registrar la situación y las acciones tomadas en el campo "Observaciones"

- Identificar la muestra a analizar y llevarla a temperatura ambiente.

Nota: "Si se conoce o se sospecha" que la muestra contiene iones metálicos hidrolizables y formas reducidas de cationes polivalentes realizar el siguiente tratamiento con peróxido de hidrógeno: Medir exactamente 100 mL de muestra y transferirlos a un vaso de precipitados de 250 mL, previamente enjuagado con una porción de la muestra, cubrir el vaso con papel vinipel transparente para minimizar la interacción de la muestra con la atmosfera, determinar el valor del pH, si el pH es mayor de 4 adicionar solución de ácido sulfúrico 0,02 N en incrementos de 5 mL para

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 7 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

reducir el pH a 4 o menos. Retirar el electrodo. Adicionar 5 gotas de solución de peróxido de hidrógeno H₂O₂ al 30%, y ebullición entre 2 y 5 minutos. Enfriar a temperatura ambiente y continuar con el ensayo.

Nota: Seleccionar el tamaño de la muestra y el titulante para muestras con acidez inferior a aproximadamente 1000mg como carbonato de calcio (CaCO₃)/L, seleccione un volumen con menos de 50 mg de acidez equivalente al CaCO₃ y títule con 0.02N de hidróxido de sodio. Para acidez mayores a aproximadamente 1000mg como CaCO₃ /L, use una porción que contenga una acidez equivalente a menos de 250 mg de CaCO₃ y títule con 0.1N de hidróxido de sodio. Si es necesario, realice una titulación preliminar para determinar el tamaño óptimo de la muestra y la normalidad del valorante.

- Medir exactamente 100 mL de muestra y transferirlos a un vaso de precipitados de 250 mL, previamente enjuagado con una porción de la muestra, cubrir el vaso con papel vinipel transparente para minimizar la interacción de la muestra con la atmosfera, determinar el valor del pH, si es menor de 4,0, titular adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta un pH de 8,3, agitar suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.
- Si el valor de pH de la muestra es mayor de 4,0, agregar ácido sulfúrico 0,02 N en incrementos de 5 mL hasta que el pH sea \leq 4,0, registrar en el documento de datos de análisis de acidez el valor del volumen adicionado de ácido sulfúrico. Titular adicionando lentamente la solución de NaOH 0,02 N hasta obtener un cambio de color del indicador a un pH de 8,3 agitar suavemente con el agitador magnético durante todo el proceso para evitar salpicaduras.
- Registrar los controles de calidad indicados para el método.

Cálculos

ESTANDARIZACIÓN DEL HIDROXIDO DE SODIO

$$N_{\text{NaOH}} = \frac{A \times B}{204,22 * C}$$

Dónde:

N_{NaOH} = Normalidad del Hidróxido de Sodio

A = Peso en g de KHC₈H₄O₄ por litro.

B = mL de Solución KHC₈H₄O₄ tomados para la titulación

C = mL de Solución de NaOH gastados en la titulación

ESTANDARIZACIÓN DEL ACIDO SULFURICO

$$N_{\text{acido}} = \frac{A \times B}{53,00 \times V \times V_{\text{Sin}}}$$

Dónde:

N_{acido} = Normalidad de la solución de Ácido Sulfúrico.

A = Peso en gramos de Carbonato de Sodio.

B = Volumen de solución de Carbonato de Sodio tomados para la titulación, en mL

V_{Sin} = Volumen de la solución de Carbonato de Sodio preparada, en litros.

V = Volumen de solución de Ácido Sulfúrico gastada en la titulación, en mL.

53,00 = Peso equivalente del carbonato de sodio, en gramos.

****Copia No Controlada****

| | | | | | |
|---|---|-------------------|---------------|----------------|---------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | | VERSIÓN | |
| | | | | FECHA | |
| | | | | PÁGINA | 8 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | | |

CALCULO DE LA ACIDEZ TOTAL

$$A_t = \frac{(V_1 \times N_1 - V_2 \times N_2) \times 50.000}{V_m}$$

Dónde:

A_t = Acidez total a pH 8.3 expresada como mg CaCO₃/L.V₁ = Volumen de solución de Hidróxido de Sodio adicionado hasta obtener un pH 8,3 en mL.N₁ = Normalidad de la solución estándar de Hidróxido de Sodio.V_m = Volumen de muestra, en mL.50.000 = 50mg CaCO₃/meq x 1000mL/L.V₂ = Volumen de solución de Ácido Sulfúrico gastado.N₂ = Normalidad del Ácido Sulfúrico.

Nota: Registrar oportunamente la información solicitada en los siguientes documentos y relacionada con este análisis:

- Preparación de reactivos.
- Formato de análisis de acidez.
- Carta de control respectiva del método.
- Estandarización de soluciones.

BLANCO DE REACTIVO**Criterios de evaluación para el blanco de reactivo MB**

las pautas generales para calificar los resultados de la muestra con respecto a la calidad del blanco de reactivo son las siguientes:

1. Si el blanco de reactivo es <MDL y los resultados de la muestra son> MRL, no se requiere ninguna calificación.
2. Si el blanco de reactivo es > 1 / 2 MRL, pero <MRL y los resultados de la muestra son> MRL, entonces califique los resultados para indicar que se detectó analito en el blanco de reactivo.
3. Si el blanco de reactivo es > MRL, se requieren más acciones correctivas y calificación

| | | | |
|----------|---------------------------|----|--|
| 1 | MB < LDM Muestra > LRM | 1. | <u>Cumple</u> |
| 2 | MB > ½ LRM | X | <u>Significa que hay analitos presentes en el blanco</u> |
| | MB < LRM | 2. | |
| | Muestra > LRM | 3. | |
| 3 | <u>MB > LRM</u> | 4. | <u>Acciones correctivas</u> |

En la siguiente tabla se muestran los porcentajes a tener en cuenta para la determinación de grasas y aceites.

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 9 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

Tabla 1. METAS DE LOS INTERVALOS DE %CV, % RECUP, S, % ERROR

debe ser < a 10% para LDC y < 10% para LDM

Aplica para estándares debe ser < a 10%
para adicionados debe ser < 10%
para %RPD debe estar menor al 20%
El % recuperación para LFB Y LFM de 70-130

Formulas Para Control Analítico

% RECUPERACION PARA LFB:

$$\% \text{ Recuperación LFB} = \frac{\text{Valor real}}{\text{Valor teorico}} \times 100$$

MUESTRA DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):

$$RPD = \frac{[LFM - LFMD]}{[LFM + LFMD]/2} \times 100$$

LFM: [] determinada de LFM

LFMD: [] determinada de LFMD

El porcentaje de RPD se utiliza para hallar la precisión del método.

1.2.4.1 Determinación del LDM del método.

Para la Determinación de LDM Límite de Detección del Método el estándar analizado de concentración baja se acepta si los resultados experimentales presentan Desviación Estándar, Coeficiente de Variación y Error Relativo entre 10 y 20%.

Para la Determinación del LDC Límite de Cuantificación del Método el estándar analizado de concentración baja se acepta si los resultados experimentales presentan Desviación Estándar, Coeficiente de Variación y Error Relativo menor al 10%.

De acuerdo con la sección "5020 Quality assurance/quality control" del Standard Methods Ed 23, se debe determinar el LDM y rango operacional.

Calcular el LDC mediante las expresiones:

Calcule la desviación estándar de muestra estimada, s_s , de las 7 repeticiones, y multiplique por 3.14 para calcular los MDL s . Calcule MDL b (MDL basado en blancos de método) utilizando el siguiente procedimiento.

Si ninguno de los métodos en blanco da un resultado numérico (positivo o negativo), entonces MDL b no es aplicable, y MDL = MDL s . Si algunos dan resultados numéricos, entonces MDL b es igual al resultado en blanco del método más alto. Si todos los espacios en blanco del método dan resultados numéricos, calcule MDL b como:

$$MDL_b = X + 3,14S_b$$

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|--|---|-------------------|----------------|------------|
|  Vigilancia Mineducación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 10 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

Dónde:

\bar{X} = media de los resultados en blanco (establecer valores negativos en 0), y
 S_b = desviación estándar de los resultados en blanco.

El MDL entonces es igual a lo que sea mayor: MDL_a o MDL_b

Si usa más de 7 réplicas, ajuste el valor t de 3.14 usando las tablas t de Student con $tr - 1$ grados de libertad.

El procedimiento dice que cuando el blanco de un numero positivo se escoge entonces el MDL que sea igual o mayor entre MDL_a o MDL_b

Tabla 2. Definición LDM

| N° de mediciones | Blanco | 2mg/l | 3mg/l |
|----------------------|-------------|-------------|-------------|
| 1 | 1,5 | 1 | 2,5 |
| 2 | 1,3 | 2 | 3,9 |
| 3 | 1,3 | 3 | 3,3 |
| 4 | 1,3 | 3,3 | 3 |
| 5 | 1,9 | 3,1 | 3,7 |
| 6 | 1 | 3,3 | 2,6 |
| 7 | 0,3 | 4,8 | 3 |
| promedio | 1,383333333 | 2,616666667 | 3,166666667 |
| Des. Estandar | 0,492322001 | 1,182813434 | 0,525538273 |
| cv | 35,58954222 | 45,20306116 | 16,59594546 |
| LDM | 2,929224416 | 6,330700849 | 4,816856843 |

1.2.5 Definición del inervalo de aplicación del método

Para la determinación del LRM se realizaron 7 corridas con concentraciones de 5 mg/l, 8 mg/l y 10 mg/l la meta para el LRM es de 50 a 150 % de recuperación (sección 5020 B.9) del Standard Methods Ed 23 .

Estándar bajo de 5 mg/l : Pesar 0,0204g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Estándar bajo de 6 mg/l : Pesar 0,0245g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 11 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

Estándar bajo de 10 mg/l : Pesar 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Tabla 3. medidas individuales para hallar el LRM

| N° de mediciones | 5 mg/l | 6mg/l | 10mg/l |
|------------------|--------|--------|--------|
| 1 | 5,9 | 6,6 | 9,7 |
| 2 | 4,8 | 7 | 10 |
| 3 | 5,4 | 6,3 | 10 |
| 4 | 5,2 | 6,5 | 10,3 |
| 5 | 5,1 | 6,6 | 10,4 |
| 6 | 5,5 | 7 | 10 |
| 7 | 5,9 | 6,5 | 9,9 |
| Promedio | 5,4 | 6,6 | 10,043 |
| Desv. estandar | 0,41 | 0,26 | 0,24 |
| CV (%) | 7,56 | 3,97 | 2,36 |
| Valor Esperado | 5,00 | 6,00 | 10 |
| % Error relativo | 8,00 | 10,71 | 0,43 |
| Exactitud | 92,00 | 89,29 | 99,57 |
| % Recuperación | 108,00 | 110,71 | 100,43 |

Con base en la información indicada en la tabla anterior, se puede establecer que el límite de reporte mínima para el método de grasas y aceites, es el estándar de 10mg/l ya sus medidas presentaron valores más estables, y que cumple con las metas establecidas como: desviación estándar menor al 10%, coeficiente de variación de 2,36 y porcentaje de recuperación del 100,43%.

Determinación de la concentración máxima

Se realizaron 7 lecturas con los siguientes patrones con el fin de definir la máxima concentración de interés del método.

Tabla 4. Determinación de la máxima concentración del método.

| N° de mediciones | 800 mg/l | 1000mg/l | 1800 mg/l |
|------------------|----------|----------|-----------|
| 1 | 804 | 1009 | 1810 |
| 2 | 744 | 998 | 1800 |
| 3 | 840 | 992 | 1808 |
| 4 | 782 | 980 | 1820 |
| 5 | 833 | 1004 | 1800 |
| 6 | 818 | 996 | 1802 |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | | | VERSIÓN | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 12 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

| | | | |
|------------------|--------|---------|---------|
| 7 | 839 | 940 | 1810 |
| Promedio | 808,6 | 988,429 | 1.807,1 |
| Desv. estandar | 35,35 | 23,25 | 7,2 |
| CV (%) | 4,37 | 2,35 | 0,4 |
| Valor Esperado | 800,00 | 1.000 | 1.800 |
| % Error relativo | 1,07 | - 1,16 | 0 |
| Exactitud | 98,93 | 101,16 | 100 |
| % Recuperación | 101,07 | 98,84 | 100 |

Se estable como la máxima concentración del método el estándar de 1800mg/l, ya que es más estable y presenta valores como: desviación estándar menor al 10%, coeficiente de variación de 0,4 y porcentaje de recuperación del 100%. Las otras dos concentraciones de 800 y de 1000mg/l también presentan resultados aceptables pero por ser escogió la del 1800 por ser una concentración, la cual le permite al método detectar en un rango más alto.

Elaboración de Estándares

Preparación de los siguientes patrones.

- **Solución estándar de control de 10 mg CaCO₃/L:** Pesar 0,0408g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.
- **Solución estándar de control de 1800 mg CaCO₃/L:** Pesar 7,3453 g de Ftalato Acido de Potasio, previamente secado a 120°C por 2 horas. Transferir el Ftalato a un balón aforado de 1 litro y diluir hasta la marca con agua destilada libre de CO₂ asegurando la completa disolución.

Plan De Corrida

Se realizaron 10 análisis por duplicado, obteniendo un total de 20 datos según los controles analíticos que aplica el laboratorio.

MB (Blanco de reactivos)

LFB (Estándar de concentración conocida, entre el 10% y el 90% del intervalo de medición)

M1 (Muestra de agua potable)

M2 (Muestra de agua superficial)

M3 (Muestra de agua residual domestica)

M4 (Muestra de agua residual industrial)

M5 (Muestra de agua subterránea)

DM(Duplicado de la muestra)

Tabla 5. Resultados de Mediciones Químio-métricas

| No / Muestra | MB | LFB 10,0 | LFB 1800 |
|--------------|------|----------|----------|
| 1 | 1,50 | 11,000 | 1.810 |

****Copia No Controlada****

| | | | | | |
|---|---|-------------------|---------------|----------------|----------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | | VERSIÓN | |
| | | | | FECHA | |
| | | | | PÁGINA | 13 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | | |

| | | | |
|------------------|-------|--------|---------|
| 2 | 1,30 | 12,000 | 1.790 |
| 3 | 1,30 | 9,200 | 1.800 |
| 4 | 1,30 | 9,000 | 1.770 |
| 5 | 1,30 | 9,400 | 1.820 |
| 6 | 2,30 | 10,000 | 1.780 |
| 7 | 3,30 | 12,000 | 1.830 |
| 8 | 1,30 | 11,00 | 1.800 |
| 9 | 0,30 | 9,000 | 1.820 |
| 10 | 2,30 | 9,100 | 1.810 |
| 11 | 2,30 | 9,300 | 1.820 |
| 12 | 4,30 | 9,000 | 1.780 |
| 13 | 5,30 | 9,000 | 1.800 |
| 14 | 0,30 | 9,500 | 1.790 |
| 15 | 0,30 | 9,600 | 1.820 |
| 16 | 1,30 | 9,700 | 1.800 |
| 17 | 6,30 | 9,000 | 1.820 |
| 18 | 5,30 | 8,900 | 1.810 |
| 19 | 2,30 | 8,700 | 1.790 |
| 20 | 2,50 | 8,800 | 1.830 |
| Promedio | 2,3 | 9,660 | 1.804,5 |
| Desv. estandar | 1,742 | 1,02 | 17,3 |
| CV (%) | 75,10 | 10,58 | 1,0 |
| Valor Esperado | NA | 10 | 1.800 |
| % Error relativo | | - 3,40 | 0 |
| Exactitud | NA | 103,40 | 100 |
| % Recuperación | NA | 96,60 | 100 |
| Mínimo | 0,30 | 8,70 | 1.770 |
| Máximo | 6,30 | 12,00 | 1.830 |
| Número de datos | 20 | 20 | 20 |

Para el rechazo de datos se usa la prueba estadística T, en donde para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hace necesario el rechazo de ningún dato con un límite de confiabilidad del 95%.

La exactitud y la precisión para los estándares de concentración 10,00 mg/l y 1800 mg/l así como el porcentaje de recuperación se encuentran dentro de los lineamientos establecidos, confirmando que el método es aplicable.

1.2.5.1 Diferencias porcentual relativa RPD

****Copia No Controlada****

| | | | | | |
|--|---|------------------------------|----------------|-------------------|--|
|  Vigilada Mineducación | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | | |
| | | | FECHA | | |
| | | | PÁGINA | 14 de 22 | |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad | |

Tabla 6. Datos para hallar los límites para los duplicados de muestras

| Item No. | Identificación muestra | Resultado a | Resultado b | Valor promedio de los resultados a y b | % RPD |
|----------|------------------------|-------------|-------------|--|---------|
| 1 | M1 | 19,50 | 17,50 | 18,50 | 10,8108 |
| 2 | M1 | 21,50 | 20,00 | 20,75 | 7,2289 |
| 3 | M1 | 20,50 | 18,50 | 19,50 | 10,2564 |
| 4 | M1 | 20,50 | 17,50 | 19,00 | 15,7895 |
| 5 | M1 | 18,50 | 16,40 | 17,45 | 12,0344 |
| 6 | M1 | 17,50 | 16,50 | 17,00 | 5,8824 |
| 7 | M1 | 20,50 | 17,50 | 19,00 | 15,7895 |
| 8 | M1 | 18,50 | 18,40 | 18,45 | 0,5420 |
| 9 | M1 | 19,50 | 16,50 | 18,00 | 16,6667 |
| 10 | M1 | 18,50 | 17,50 | 18,00 | 5,5556 |
| 11 | M2 | 47,50 | 42,50 | 45,00 | 11,1111 |
| 12 | M2 | 45,50 | 44,50 | 45,00 | 2,2222 |
| 13 | M2 | 47,50 | 41,50 | 44,50 | 13,4831 |
| 14 | M2 | 45,50 | 42,50 | 44,00 | 6,8182 |
| 15 | M2 | 46,50 | 40,50 | 43,50 | 13,7931 |
| 16 | M2 | 47,50 | 45,60 | 46,55 | 4,0816 |
| 17 | M2 | 44,50 | 38,50 | 41,50 | 14,4578 |
| 18 | M2 | 42,50 | 40,50 | 41,50 | 4,8193 |
| 19 | M2 | 47,50 | 41,50 | 44,50 | 13,4831 |
| 20 | M2 | 40,00 | 39,50 | 39,75 | 1,2579 |
| 21 | M3 | 250,00 | 220,00 | 235,00 | 12,7660 |
| 22 | M3 | 261,00 | 255,00 | 258,00 | 2,3256 |
| 23 | M3 | 260,00 | 253,00 | 256,50 | 2,7290 |
| 24 | M3 | 255,00 | 251,00 | 253,00 | 1,5810 |
| 25 | M3 | 263,00 | 230,00 | 246,50 | 13,3874 |
| 26 | M3 | 257,00 | 255,00 | 256,00 | 0,7813 |
| 27 | M3 | 263,00 | 240,00 | 251,50 | 9,1451 |
| 28 | M3 | 270,00 | 255,00 | 262,50 | 5,7143 |
| 29 | M3 | 259,00 | 257,00 | 258,00 | 0,7752 |
| 30 | M3 | 270,00 | 261,00 | 265,50 | 3,3898 |
| 31 | M4 | 450,00 | 440,00 | 445,00 | 2,2472 |
| 32 | M4 | 450,00 | 430,00 | 440,00 | 4,5455 |
| 33 | M4 | 460,00 | 450,00 | 455,00 | 2,1978 |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 15 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

| | | | | | |
|-------------------|----|--------|--------|--------|---------------|
| 34 | M4 | 450,00 | 410,00 | 430,00 | 9,3023 |
| 35 | M4 | 460,00 | 430,00 | 445,00 | 6,7416 |
| 36 | M4 | 440,00 | 430,00 | 435,00 | 2,2989 |
| 37 | M4 | 450,00 | 430,00 | 440,00 | 4,5455 |
| 38 | M4 | 460,00 | 450,00 | 455,00 | 2,1978 |
| 39 | M4 | 440,00 | 430,00 | 435,00 | 2,2989 |
| 40 | M5 | 452,00 | 450,00 | 451,00 | 0,4435 |
| 41 | M5 | 7,5 | 7,4 | 8,25 | 1,2121 |
| 42 | M5 | 8,5 | 8 | 7,00 | 7,1429 |
| 43 | M5 | 7,5 | 6,5 | 10,30 | 9,7087 |
| 44 | M5 | 10,5 | 10,1 | 11,40 | 3,5088 |
| 45 | M5 | 11,5 | 11,3 | 12,75 | 1,5686 |
| 46 | M5 | 13,5 | 12 | 10,30 | 14,5631 |
| 47 | M5 | 10,5 | 10,1 | 11,35 | 3,5242 |
| 48 | M5 | 11,5 | 11,2 | 11,95 | 2,5105 |
| 49 | M5 | 12,5 | 11,4 | 11,95 | 9,2050 |
| 50 | M5 | 12,5 | 12 | 12,25 | 4,0816 |
| PROMEDIO | | | | | 6,6505 |
| DESVIACION | | | | | 4,9655 |

1.2.6 Cálculo Y Análisis De Resultados

Durante el proceso de confirmación se manejaron estándares de concentraciones de 10mg/l y de 18000mg/L de Ftalato ácido de potasio, obteniendo resultados con relación al criterio de exactitud, la precisión y porcentaje de recuperación del método, para cada uno de los diferentes estándares trabajados siendo idónea para el método. La exactitud expresada en términos de error y la precisión expresada como coeficiente de variación para los diferentes estándares, así como también el porcentaje de recuperación de estándares y muestra duplicados, se encuentran dentro de los lineamientos de calidad establecidos.

2.5 1.2.7 Resumen Del Desempeños Analítico

La confirmación del método SM 2310-A , para muestras de agua de Subterráneas, Superficiales y Residuales domestica e industrial que llegan al laboratorio de aguas queda con la metodología establecida de acuerdo a las siguientes condiciones de trabajo:

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 16 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

Tabla 7. Condiciones Iniciales De Trabajo:

| Solución titulante | pH inicial | Punto Final |
|-----------------------------------|----------------|-------------|
| HIDROXIDO DE SODIO 01 N O 0,02 | sea $\leq 4,0$ | 8,3 |

Tabla 8. Intervalo de medicion del método

| INTERVALO DE MEDICIÓN DEL MÉTODO | 10 – 1800 mg /l |
|--|-----------------|
| Límite de cuantificación del método LDC | 2,9 mg /l |
| Límite máximo de cuantificación del método | 1800mg/l |

TABLA 9. Índice De La Capacidad Del Método

| ALERTA SUPERIOR | ALERTA INFERIOR | CONTROL SUPERIOR | CONTROL INFERIOR |
|-----------------|-----------------|------------------|------------------|
| 114,38 | 82,4 | 122,4 | 74,4 |

TABLA 10. Controles Para Las Muestras Duplicadas MD

| Desviación | Promedio | Alerta | Control |
|------------|----------|---------|---------|
| 4,9655 | 11,6159 | 16,5814 | 21,5468 |

TABLA 11. Control de calidad analítica

| DUREZA TOTAL SM 2340 C | | | | | | | |
|------------------------|----------|----------------------------|-----------|---------------|-----------|-----------|---------------|
| MB | LFB | MREF | LFM | MD | LFMD | MDL Y MRL | CARTA CONTROL |
| Por Lote | Por Lote | Cada 25 muestras / mensual | NO APLICA | Por Lote %RPD | NO APLICA | NO APLICA | LFB MD |

1.2.8 Rechazo De Datos Dudosos

Para el rechazo de datos se usa la PRUEBA ESTADÍSTICA T. En donde si T calculada es mayor que T de la tabla de valores críticos T para rechazo de datos, el dato se puede rechazar (para n mediciones y un nivel de confiabilidad de un 95%). Para los análisis realizados y aplicando este criterio no se hizo necesario el rechazo de ningún dato.

2.6 1.2.9 Recomendaciones

- 1 Medir volúmenes de reactivos con equipos de medición volumétrica.
- 2 No modificar las condiciones finales de trabajo
- 3 Lavar el material de vidrieria según su tipo.
- 4 Si se derraman cualquier reactivo debe ser recogido o limpiado inmediatamente para evitar contactos posteriores e inesperados con él.
- 5 Nunca pipetear ninguno de los reactivos anteriormente descritos con la boca. Para este fin se deben usar los equipos pertinentes.
- 6 Mientras trabajo con cualquier reactivo químico deben usarse los implementos adecuados de protección como guantes, bata, mascarillas con filtros adecuados, lentes de protección y tapabocas.

1.2.10 Bibliografía

Copia No Controlada

| | | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|--|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | | |
| | | | FECHA | | |
| | | | PÁGINA | 17 de 22 | |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad | |

APHA, 2017. Standard Methods of the Examination of the Water and Wastewater. Edición 23. Washington.

1.2.11 Metodología Para Calcular La Incertidumbre.

La metodología que se utilizó para determinar el cálculo de incertidumbre se describe en la Guía estimación de incertidumbre de métodos analíticos. GI EX LA 09

Datos de las matrices utilizadas para la determinación del cálculo de la incertidumbre con el método de la repetitividad.

Tabla 12. Estimación de la contribución de las fuentes aleatorias.

| Análisis de muestras | | | | | | |
|--|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|-----------------------|----------|
| Item No. | Resultados muestra M1 | Resultados muestra M2 | Resultados muestra M3 | Resultados muestra M4 | Resultados muestra M5 | Unidades |
| 1 | 19,50 | 47,50 | 250,00 | 450,00 | 7,5 | mg/L |
| 2 | 21,50 | 45,50 | 261,00 | 450,00 | 8,5 | mg/L |
| 3 | 20,50 | 47,50 | 260,00 | 460,00 | 7,5 | mg/L |
| 4 | 20,50 | 45,50 | 255,00 | 450,00 | 10,5 | mg/L |
| 5 | 18,50 | 46,50 | 263,00 | 460,00 | 11,5 | mg/L |
| 6 | 17,50 | 47,50 | 257,00 | 440,00 | 13,5 | mg/L |
| 7 | 20,50 | 44,50 | 263,00 | 450,00 | 10,5 | mg/L |
| 8 | 18,50 | 42,50 | 270,00 | 460,00 | 11,5 | mg/L |
| 9 | 19,50 | 47,50 | 259,00 | 440,00 | 12,5 | mg/L |
| 10 | 18,50 | 40,00 | 270,00 | 452,00 | 12,5 | mg/L |
| 11 | 17,50 | 42,50 | 220,00 | 440,00 | 7,4 | mg/L |
| 12 | 20,00 | 44,50 | 255,00 | 430,00 | 8 | mg/L |
| 13 | 18,50 | 41,50 | 253,00 | 450,00 | 6,5 | mg/L |
| 14 | 17,50 | 42,50 | 251,00 | 410,00 | 10,1 | mg/L |
| 15 | 16,40 | 40,50 | 230,00 | 430,00 | 11,3 | mg/L |
| 16 | 16,50 | 45,60 | 255,00 | 430,00 | 12 | mg/L |
| 17 | 17,50 | 38,50 | 240,00 | 430,00 | 10,1 | mg/L |
| 18 | 18,40 | 40,50 | 255,00 | 450,00 | 11,2 | mg/L |
| 19 | 16,50 | 41,50 | 257,00 | 430,00 | 11,4 | mg/L |
| 20 | 17,50 | 39,50 | 261,00 | 450,00 | 12 | mg/L |
| Promedio, Xp | 18,57 | 42,9 | 253,6875 | 440,7500 | 10,7500 | |
| Desv estándar, s | 1,497 | 2,862 | 13,430 | 13,503 | 1,943 | |
| DER | 0,081 | 0,067 | 0,053 | 0,031 | 0,181 | |
| No. de datos, n | 20 | 20 | 20 | 20 | 20 | |
| DER^{2*(n-1)} | 0,1236 | 0,0848 | 0,0532 | 0,0178 | 0,6206 | |
| (n-1) sumaDER^{2*(n-1)} | 19 | 19 | 19 | 19 | 19 | |
| | | | 0,9000 | | | |

****Copia No Controlada****

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 18 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

| | |
|------------------------|--------|
| suma(n-1) | 95 |
| DER_T | 0,0973 |

Tabla 13. Estimación de la contribución de las fuentes sistemáticas

| Recuperación material de referencia | | | | | |
|-------------------------------------|-------------------------------|--------------|---------------------------------------|---------------------|--|
| Incertidumbre: | | 8,99 | Factor de cobertura: | 2 | Marca: ERA |
| Valor de referencia: | | 98,2 | Unidades: | mg/l | Lote o fecha de vencimiento: P302-518/ENERO-14-2023 |
| Item No. | Resultado experimental | Sesgo | Porcentaje de recuperación (%) | Recuperación | Responsable |
| 1 | 11,000 | 1,000 | 110,0 | 1,100 | wendy umbariba |
| 2 | 12,000 | 2,000 | 120,0 | 1,200 | wendy umbariba |
| 3 | 9,200 | -0,800 | 92,0 | 0,920 | wendy umbariba |
| 4 | 9,000 | -1,000 | 90,0 | 0,900 | wendy umbariba |
| 5 | 9,400 | -0,600 | 94,0 | 0,940 | wendy umbariba |
| 6 | 10,000 | 0,00 | 100,0 | 1,000 | wendy umbariba |
| 7 | 12,000 | 2,00 | 120,0 | 1,200 | wendy umbariba |
| 8 | 11,00 | 1,00 | 110,0 | 1,100 | wendy umbariba |
| 9 | 9,000 | -1,00 | 90,0 | 0,900 | wendy umbariba |
| 10 | 9,100 | -0,90 | 91,0 | 0,910 | wendy umbariba |
| 11 | 9,300 | -0,70 | 93,0 | 0,930 | wendy umbariba |
| 12 | 9,000 | -1,00 | 90,0 | 0,900 | wendy umbariba |
| 13 | 9,000 | -1,00 | 90,0 | 0,900 | wendy umbariba |
| 14 | 9,500 | -0,50 | 95,0 | 0,950 | wendy umbariba |
| 15 | 9,600 | -0,40 | 96,0 | 0,960 | wendy umbariba |
| 16 | 9,700 | -0,30 | 97,0 | 0,970 | wendy umbariba |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|------------------------------|----------------|-------------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 19 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad |

| | | | | | |
|--|-------|-------|------|-------|----------------|
| 17 | 9,000 | -1,00 | 90,0 | 0,900 | wendy umbariba |
| 18 | 8,900 | -1,10 | 89,0 | 0,890 | wendy umbariba |
| 19 | 8,700 | -1,30 | 87,0 | 0,870 | wendy umbariba |
| 20 | 8,800 | -1,20 | 88,0 | 0,880 | wendy umbariba |
| Recuperación promedio, R_p | | | | | 0,9660 |
| Desviación estándar de los valores de recuperación, S_{Rp} | | | | | 0,1022 |
| Número de valores de recuperación, n | | | | | 20 |
| Incertidumbre estándar en la recuperación promedio, $U(R_p)$ | | | | | 0,02284 |

| Evaluación de la trazabilidad química | |
|---|--------|
| Factor de recobro significativamente diferente de 1? | |
| a (%) | 4,55% |
| Nivel de confianza | 95,45% |
| Grados libertad n-1 | 19 |
| t_{exp} (valor absoluto) | 1,4884 |
| t_{crit} (valor absoluto) | 2,1405 |

CUANDO NO SE UTILIZA MR

| $t_{exp} > t_{crit}$ | |
|---|-------------|
| Incertidumbre factor de recobro corregida ($U_c(R_p)_{corr}$) | 0,028 |
| Incertidumbre combinada total (U_c): | 0,102 |
| Incertidumbre expandida del método (U_{exp}): | \pm 0,203 |

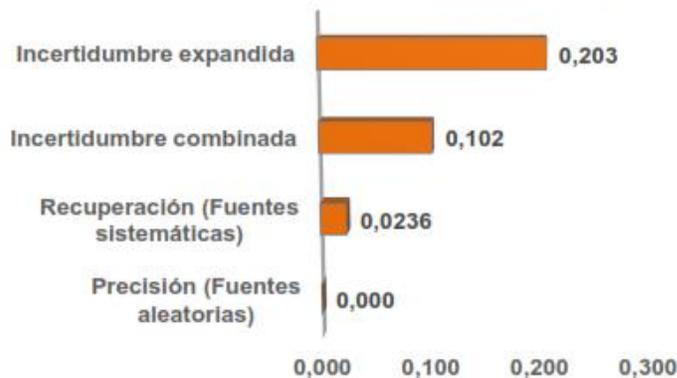
| ESTIMACIÓN DE LA INCERTIDUMBRE - CUANDO SE UTILIZA MR Y $t_{exp} < t_{crit}$ | | | |
|--|---|--------------------------------|---|
| Fuente global de Incertidumbre | Valor x (Valor de la magnitud de entrada) | Incertidumbre estándar, $u(x)$ | Incertidumbre estándar relativa, $u(x)/x$ |
| | | | |

Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 20 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

| | | | |
|--|-------|--------|--------|
| Precisión (Fuentes aleatorias) | 1 | | |
| Recuperación (Fuentes sistemáticas) | 0,966 | 0,0228 | 0,0236 |
| Incertidumbre combinada | ---- | ---- | ---- |
| Incertidumbre expandida | ---- | ---- | ---- |

CUANTIFICACIÓN GLOBAL DE LAS FUENTES DE INCERTIDUMBRE



INCERTIDUMBRE EXPANDIDA MÉTODO DE REPETITIVIDAD

$U_E: \pm 0,203$

****Copia No Controlada****

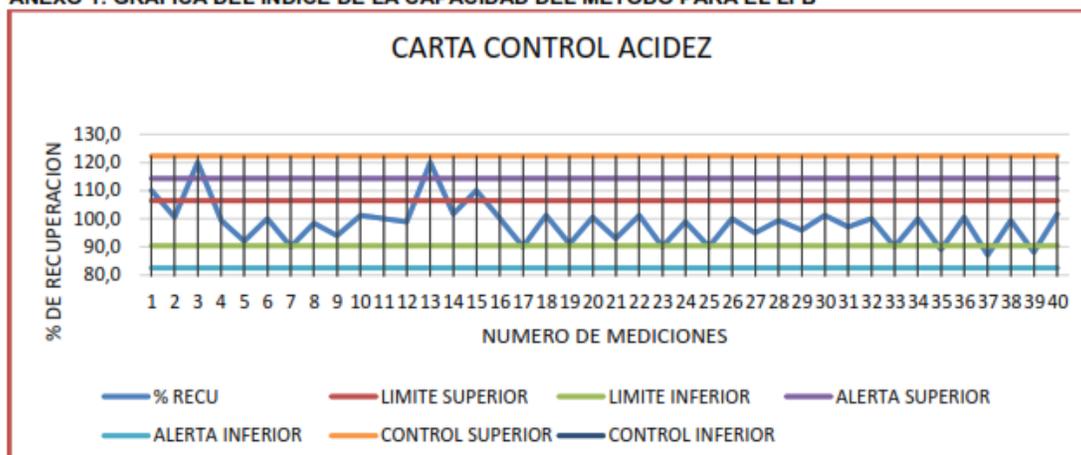
| | | | | | |
|---|---|------------------------------|---------------|-------------------|----------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 | |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | | VERSIÓN | |
| | | | | FECHA | |
| | | | | PÁGINA | 21 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | | 1.3 REVISÓ | | 1.4 APROBÓ | |
| Jefe de Laboratorio | | Equipo Operativo del Proceso | | Líder de Calidad | |

1 CONTROL DE CAMBIOS

| VERSIÓN | DESCRIPCIÓN DEL CAMBIO | FECHA | RESPONSABLE APROBACIÓN |
|---------|------------------------|-------|------------------------|
| | | | |

3. 3. ANEXOS

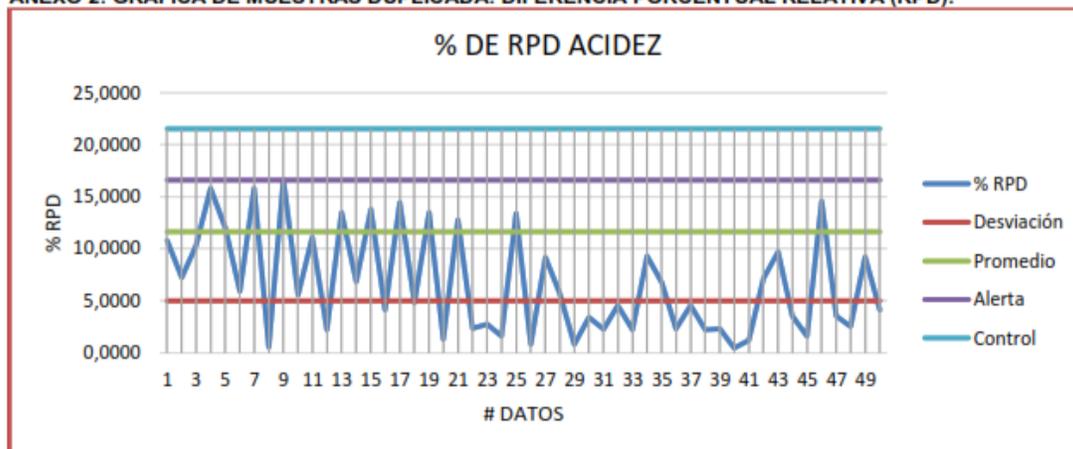
ANEXO 1: GRAFICA DEL INDICE DE LA CAPACIDAD DEL MÉTODO PARA EL LFB



Copia No Controlada

| | | | | |
|---|---|-------------------|----------------|------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | PC-EXLA-13 |
| | VALIDACIÓN DE ACIDEZ TOTAL SM 2310-B | | VERSIÓN | |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 22 de 22 |
| 1.2 ELABORÓ | 1.3 REVISÓ | 1.4 APROBÓ | | |
| Jefe de Laboratorio | Equipo Operativo del Proceso | Líder de Calidad | | |

ANEXO 2: GRAFICA DE MUESTRAS DUPLICADA: DIFERENCIA PORCENTUAL RELATIVA (RPD):



****Copia No Controlada****

Anexo 14.

Formato de estandarización de soluciones método de acidez total.

| | | | | |
|---|--------------------------------------|---------------------|------------------|-------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | FO-EX-LA-24 |
| | ESTANDARIZACION DE SOLUCIONES | | VERSIÓN | 03 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 1 de 1 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | APROBÓ | |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | |

| CONVENCIÓNES PARA ESTANDARIZACIÓN DE ÁCIDO SULFÚRICO | |
|--|--|
| W carbonato: | Peso del carbonato de sodio (Na_2CO_3), en g |
| V s/n carbonato: | Volumen de aforo solución de carbonato de sodio, en L |
| V _{tit} carbonato de sodio tit: | Volumen de solución de carbonato de sodio titulado, en ml |
| V ácido: | Volumen de ácido sulfúrico gastado, en ml |
| N. ácido: | Normalidad del ácido sulfúrico |

| Fecha aaaa-mm-dd | Analista | W(Na_2CO_3) g | V(Na_2CO_3) L | V _{tit} (Na_2CO_3) ml | V H_2SO_4 ml | N H 2SO_4 | OBSERVACIONES |
|---------------------|---------------|------------------------------------|------------------------------------|---|---------------------------------|-----------------------|---------------|
| 2022-03-14 | Wendy Umbanba | 0,6602 | 0,250 | 5,0 | 9,8 | 0,025 | — |
| 2022-03-15 | Wendy Umbanba | 2,5 | 1 | 15,0 | 28,0 | 0,025 | — |
| 2022-03-16 | Wendy Umbanba | 0,6602 | 0,250 | 5,0 | 9,8 | 0,025 | — |
| 2022-03-16 | Wendy Umbanba | 0,6608 | 0,250 | 5,0 | 9,8 | 0,025 | — |
| 2022-03-17 | Wendy Umbanba | 0,6612 | 0,250 | 5,0 | 10,0 | 0,025 | — |
| 2022-03-17 | Wendy Umbanba | 0,6611 | 0,250 | 5,0 | 10,0 | 0,025 | — |
| 2022-03-18 | Wendy Umbanba | 0,6610 | 0,250 | 5,0 | 10,0 | 0,025 | — |
| 2022-03-18 | Wendy Umbanba | 0,6605 | 0,250 | 5,0 | 10,0 | 0,025 | — |

| | | | | |
|---|--------------------------------------|---------------------|------------------|-------------|
|  | EXTENSIÓN | | CÓDIGO | FO-EX-LA-24 |
| | ESTANDARIZACION DE SOLUCIONES | | VERSIÓN | 03 |
| | | | FECHA | |
| | | | PÁGINA | 2 de 1 |
| ELABORÓ | | REVISÓ | APROBÓ | |
| Equipo operativo del proceso | | Jefe de Laboratorio | Líder de Calidad | |

| CONVENCIÓNES PARA ESTANDARIZACIÓN DE HIDRÓXIDO DE SODIO | |
|---|---|
| W ftalato: | Peso del Hidrogeno Ftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), en g |
| V s/n ftalato: | Volumen de aforo solución de ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), en L |
| N ftalato: | concentración de la solución de Hidrogeno Ftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), preparada, N |
| V _{tit} Hidrogeno Ftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), it: | Volumen de solución de Hidrogeno Ftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$), en ml |
| V hidróxido de sodio: | volumen de la solución de hidróxido de sodio gastado su estandarización, en ml |
| N: | Hidroxido de sodio: Normalidad del hidróxido de sodio N |

| Fecha aaaa-mm-dd | Analista | W ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) g | V($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) L | N ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) | V _{tit} ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) ml | V(NaOH) ml | N (NaOH) | OBSERVACIONES |
|---------------------|---------------|---|--|---|---|---------------|-------------|---------------|
| 2022-03-14 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,45 | 0,020 | — |
| 2022-03-15 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,60 | 0,020 | — |
| 2022-03-16 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,55 | 0,020 | — |
| 2022-03-16 | Wendy Umbanba | 10 | 1 | 0,05 | 25 | 8,0 | 0,153 | — |
| 2022-03-17 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,00 | 0,020 | — |
| 2022-03-17 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,50 | 0,020 | — |
| 2022-03-18 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 39,00 | 0,019 | — |
| 2022-03-18 | Wendy Umbanba | 0,5 | 0,05 | 0,05 | 15 | 37,40 | 0,020 | — |