

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA



VALIDACIÓN DEL MÉTODO ANALÍTICO PARA LA CUANTIFICACIÓN DE TURBIDEZ
POR MÉTODO NEFELOMÉTRICO, SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS POR
CONDUCTIMETRÍA Y DUREZA TOTAL POR ELECTROMETRÍA EN AGUAS DE
CONSUMO HUMANO Y AGUA ENVASADA

TRABAJO DE GRADO EN MODALIDAD PRÁCTICA PROFESIONAL SUPERVISADA

PRESENTADO POR
FERNANDO JOSÉ PERAZA ORANTES

PARA OPTAR AL GRADO DE
LICENCIADO EN QUÍMICA Y FARMACIA

JULIO, 2024

SAN SALVADOR, EL SALVADOR, CENTRO AMÉRICA

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

RECTOR

MAESTRO JUAN ROSA QUINTANILLA

SECRETARIO GENERAL

LICENCIADO PEDRO ROSALÍO ESCOBAR CASTANEDA

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

DECANA

MAESTRA NANCY ZULEYMA GONZÁLEZ SOSA

SECRETARIA

LICENCIADA. EUGENIA SORTO LEMUS

DIRECCIÓN GENERAL DE PROCESOS DE GRADO

DIRECTORA GENERAL (AD HONOREM)

MAESTRA KATIA LISSETTE MARTÍNEZ DE PALACIOS

LABORATORIO DE ALIMENTOS Y TOXICOLOGÍA DEL MINISTERIO DE SALUD

LICENCIADA CINDY REBECA MARTÍNEZ LINARES

LICENCIADA LISSETTE GUADALUPE LÓPEZ PINEDA

TRIBUNAL EVALUADOR

ASESORA DE AREA EN INDUSTRIA FARMACÉUTICA, COSMÉTICOS, VETERINARIA Y
PRODUCTOS AFINES

MAESTRA ROSA MIRIAN RIVAS DE LARA

ASESOR

LICENCIADO HENRY ALFREDO HERNÁNDEZ CONTRERAS

TUTOR INTERNO

MAESTRO LUIS DAVID ALONZO HERNÁNDEZ

AGRADECIMIENTOS

A Dios y la Virgen María por todo lo recibido y por siempre guiarme en los momentos buenos y malos de toda la carrera.

A mis padres, gracias por siempre estar pendientes y nunca apartarse de mi lado.

Mis hermanos, quienes me acompañaron y ayudaron a salir adelante. Quienes entre estudios y bromas compartían cada día.

Al Laboratorio de Alimentos y Toxicología por permitirme ser parte de su personal en estos meses y por la colaboración brindada a mí y mis compañeros en la realización de la pasantía; al igual que a todo el personal de laboratorio que me apoyo y guió en la realización del proyecto, en especial a mi asesora Lissette López por sus enseñanzas, palabras de aliento y apoyo constante.

A mis amigos Fernando y Josué por las noches de estudio, su apoyo y amistad, y los momentos compartidos durante la carrera.

A Gabriela Martínez quien sin su apoyo en estos tres últimos años de estudio no habría podido seguir con los mismos ánimos y fuerzas cada día. Por los buenos y malos momentos que nos llevaron hasta dónde estamos y culminar esta etapa. Gracias.

Y gracias a todos aquellos que directa o indirectamente me tendieron una mano.

DEDICATORIA

A mi familia, en especial mis padres Leticia Orantes y Jaime Peraza, por el apoyo, paciencia, confianza y todo el esfuerzo, cariño y sacrificio diario en cada etapa y obstáculo presente. Y a mi abuela Challo por siempre confiar y toda su fe hasta el último momento.

Esto también es de ustedes.

ÍNDICE GENERAL

	Pág. N°
RESUMEN	
CAPÍTULO I	
1.0 Introducción	18
CAPÍTULO II	
2.0 Objetivos	21
2.1 Objetivo general	21
2.2 Objetivos específicos	21
CAPÍTULO III	
3.0 Marco Teórico	23
3.1 El agua	23
3.1.1 Composición del agua	25
3.2 Características físico-químicas del agua	25
3.2.1 Propiedades físicas	26
3.3 Calidad del agua de consumo humano	27
3.4 Indicadores de la calidad del agua	30
3.4.1 Turbidez	30
3.4.2 Sólidos totales disueltos	32
3.4.2.1 Relación de conductividad y TDS	33
3.4.3 Dureza total	34
3.5 Fundamento del método	37
3.5.1 Fundamento del método nefelométrico	37
3.5.1.1 Instrumento (Nefelómetro)	38
3.5.2 Fundamento del método conductimétrico	38
3.5.2.1 Relación en el cálculo	39
3.5.3 Fundamento del método electrométrico	41
3.5.3.1 Valoraciones potenciométricas	42
3.6 Salud en el agua de consumo	43

3.6.1 Aceptabilidad para los consumidores	43
3.7 Normativas	45
3.7.1 Requisitos físico-químicos	45
3.8 Validación de métodos	46
3.8.1 Validación de un Método. Definición	46
3.8.2 Clasificación del método	47
3.8.2.1 Parámetros a validar para métodos normalizados	47
3.8.2.2 Parámetros a validar para métodos normalizados modificados	48
3.8.3 Parámetros a validar. Descripción	48
3.8.3.1 Criterios de aceptación	54
3.9 Metodología	54
3.9.1 Muestra	55
3.9.2 Fuentes de información	55
3.9.3 Técnicas de obtención de información	55
3.9.4 Herramientas para obtención de información	55
3.9.5 Procesamiento y análisis de información	56
3.9.6 Análisis de las muestras	60
CAPÍTULO IV	
4.0 Resultados y Discusión de Resultados	63
4.1 Producto final. Protocolo de validación	63
4.1.1 Protocolo de validación para la determinación de turbidez en aguas de consumo humano por método nefelométrico	63
4.1.2 Protocolo de validación para la determinación de sólidos totales disueltos en aguas de consumo humano por método conductimétrico	67
4.1.3 Protocolo de validación para la determinación de dureza total en agua de consumo humano por método electrométrico	71
4.1.4 Protocolo de validación para la determinación de dureza total en agua envasada por método electrométrico	76
4.2 Producto final. Resumen del Informe de Validación	81

4.2.1 Cuadro Resumen del Informe de Validación del Método Analítico	
Determinación de Turbidez en Aguas de Consumo Humano por Nefelometría	81
4.2.2 Cuadro Resumen del Informe de Validación del Método Analítico	
Determinación de Sólidos Totales Disueltos en Aguas de Consumo Humano por Conductimetría	84
4.2.3 Cuadro resumen del informe de Validación del Método Analítico	
Determinación de Dureza total en Agua de Consumo Humano por Electrometría	87
4.2.4 Cuadro resumen del informe de Validación del Método Analítico	
Determinación de Dureza total en Agua Envasada por Electrometría	90
CAPÍTULO V	
5.0 Conclusiones	94
CAPÍTULO VI	
6.0 Recomendaciones	96
Referencias Bibliográficas	
Anexos	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura N°		Pág. N°
1	Sistema óptico general del turbidímetro	38

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla N°		Pág. N°
1	Propiedades físicas del agua	26
2	Percepciones de los consumidores: turbidez – color – sabor - olor	30
3	Clasificación de aguas según el grado de dureza	35
4	Correlación EC Y TDS en varios tipos de agua	40
5	Límites máximos permisibles para agua de consumo humano y envasada	46
6	Clasificación de los tipos de procedimientos de ensayo y su objetivo	47
7	Parámetros para métodos normalizados	47
8	Parámetros para métodos normalizados modificados	48
9	Elementos utilizados en la realización del Intervalo de trabajo e Intervalo lineal	49
10	Elementos utilizados en la realización de la exactitud	50
11	Elementos utilizados en la realización de la repetibilidad y precisión intermedia	51
12	Elementos a considerar para la realización del límite de cuantificación	52
13	Elementos a considerar para la realización de la incertidumbre	53
14	Criterios de aceptación	54
15	Registro de pesos en balanza analítica	56
16	Registro de preparación de reactivos	56
17	Cuadro resumen de resultados obtenidos en las curvas de calibración (intervalo lineal)	57
18	Cuadro resumen para la obtención de residuales en las curvas de calibración (intervalo lineal)	57
19	Cuadro resumen de resultados obtenidos en el intervalo de trabajo	58
20	Cuadro resumen de resultados obtenidos en exactitud	58
21	Cálculos para la determinación de parámetros estadísticos de exactitud	59
22	Recolección de datos y cálculos para la determinación de parámetros estadísticos de repetibilidad y precisión intermedia	59

23	Cálculos para la determinación del parámetro estadístico límite de cuantificación	60
24	Cuadro resumen del informe de Validación. Turbidez en Agua Potable por Nefelometría	82
25	Cuadro resumen del informe de Validación. Turbidez en Agua Envasada por Nefelometría	82
26	Cuadro resumen del informe de Validación. Sólidos Totales Disueltos en Agua Potable	85
27	Cuadro resumen del informe de Validación. Sólidos Totales Disueltos en Agua Envasada	85
28	Cuadro resumen del informe de Validación. Dureza total en Agua Potable por Electrometría	88
29	Cuadro resumen del informe de Validación. Dureza total en Agua Envasada por Electrometría	91

ÍNDICE ANEXOS

Anexo N°

- 1 Portada del Reglamento Técnico Salvadoreño (RTS) 13.02.01:14 Agua. Agua de Consumo Humano. Requisitos de Calidad e Inocuidad. Versión 1
- 2 Portada del Norma Salvadoreña Obligatoria (NSO) 13.07.02:08 Agua. Agua envasada. NSO. Versión 2
- 3 Portada de la guía de validación del OSA guía de validación G 9.6 Validación De Métodos Analíticos Fisicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación.
- 4 Nota de aplicación. Dureza total
- 5 Ejemplo de gráficos. Curvas de calibración

ABREVIATURAS

UNT	Unidades Nefelométricas de Turbidez
OSA	Organismo Salvadoreño de Acreditación
RTS	Reglamento Técnico Salvadoreño
NSO	Norma Salvadoreña Obligatoria
TDS	Sólidos Totales Disueltos
OMS	Organización Mundial de la Salud
CE	Conductividad Eléctrica
LOQ-LC	Límite de Cuantificación
LOD-LD	Límite de Detección
N/A	No Aplica
LAT	Laboratorio de Alimentos y Toxicología
ANOVA	Análisis de Varianza
CV	Coficiente de Variación

GLOSARIO

Analito: Cantidad o magnitud particular sujeta a medición.

Matriz: Es el tipo de muestra natural o sintética en la que viene el analito de interés a determinar.

Blanco: Valor obtenido cuando el analito no está presente en la muestra durante la medición.

Límite máximo permisible: Cantidad máxima que puede ser aceptada en la descarga a un cuerpo receptor o a un sistema de alcantarillado.

Material de referencia: Material o sustancia en la cual, uno o más valores de sus propiedades son suficientemente homogéneos y bien definidos, para ser utilizados para la calibración de un instrumento, la evaluación de un método de medición o para asignar valores a los materiales.

Validación: Acción de probar que un procedimiento, proceso, sistema, equipo o método usado en la producción o control de un producto funciona de acuerdo a lo esperado y logra el resultado propuesto.

Parámetro: Variable que se utiliza como referencia para determinar la calidad del agua.

Coefficiente de determinación (R^2): Proporción de la variación total en la variable dependiente (Y) que está explicada por o se debe a la variación en la variable independiente (X). El coeficiente de determinación es el cuadrado del coeficiente de correlación, y toma valores de 0 a 1.

Desviación estándar: Medida de cómo se dispersan los valores alrededor de la media en la distribución de valores.

Método analítico: Conjunto de operaciones específicas para caracterizar cualitativamente y cuantitativamente a un analito en una determinada muestra. Adaptación variada de una técnica, para llevar a cabo una medida determinada.

Linealidad: Define la capacidad del método para obtener los resultados de los análisis proporcionales a la concentración de la sustancia.

Exactitud: Proximidad entre el resultado de una medición y el valor verdadero del mesurando.

Precisión: Grado de coincidencia entre los resultados de ensayos independientes. La precisión depende exclusivamente de la distribución de los errores aleatorios y no está relacionada con el valor de referencia aceptado.

Repetibilidad: Proximidad entre los resultados de mediciones sucesivas del mismo mesurando, realizadas bajo las mismas condiciones de medición. (Aplicación de un mismo procedimiento, a la

misma muestra homogénea, por el mismo operador, en intervalos cortos de tiempo, con el mismo equipamiento instrumental, en el mismo lugar).

Límite de detección: La concentración menor del analito que puede detectarse con un grado especificado de certeza aplicando un determinado método de análisis. Contenido más bajo que se puede medir con seguridad estadística razonable.

Límite de cuantificación: Concentración menor del analito que puede cuantificarse con un grado especificado de certeza aplicando un determinado método de análisis. Contenido igual o mayor que el menor punto de concentración de la curva de calibración.

Incertidumbre (de medida): Parámetro, asociado al resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser razonablemente atribuidos al mesurando.

Curva de calibración: Representación gráfica bidimensional que muestra la variación de la señal analítica en función de la variación de la concentración de la solución estándar

Sesgo: Error sistemático en un estudio que produce resultados que se desvían de los valores reales, son sistemáticamente diferentes de la verdad o incorrectas.

RESUMEN

El desarrollo del proyecto de práctica profesional supervisada tuvo como objetivo realizar la validación de las metodologías analíticas: turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total en aguas de consumo humano y agua envasada.

El proyecto se desarrolló en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología del Ministerio de Salud, con el fin de salvaguardar la salud de la población y conocer que las metodologías analíticas pueden producir resultados confiables dentro del propósito previsto.

La cuantificación de turbidez se realizó por el método nefelométrico, los sólidos totales disueltos por el método conductimétrico y la dureza total por el método electrométrico; para cuyo análisis se hizo uso de nefelómetro, módulo de conductividad con electrocelda de cinco anillos y un titulador automático respectivamente. Dichos métodos dentro del laboratorio fueron tomados del Standard Methods for the Water and Wastewater edición 24, al igual que documentación interna y notas de aplicación específicas para los métodos conductimétrico y electrométrico.

Para la validación se consideraron diferentes parámetros a partir del tipo de método, ya sean normalizados o normalizados modificados; esto según la Guía de validación del Organismo Salvadoreño de Acreditación G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FISICOQUÍMICOS, versión 2. Por lo que se evaluaron los parámetros: linealidad como intervalo lineal e intervalo de trabajo, exactitud, precisión como repetibilidad y precisión intermedia, límite de detección, límite de cuantificación e incertidumbre.

Posteriormente se realizó el tratamiento estadístico de los datos obtenidos con el fin de garantizar la confiabilidad de los ensayos.

Concluyendo se declaran las metodologías analíticas como validadas dentro de los parámetros evaluados en el laboratorio con resultados dentro de los límites establecidos. Se recomienda la calibración oportuna de los equipos y mantener las condiciones bajo las cuales se realizó la validación.

CAPÍTULO I

1.0 INTRODUCCIÓN

El agua es el recurso más valioso para nosotros y es esencial para todo tipo de actividades y la vida en el planeta. Toda actividad depende en gran medida del agua y su calidad, como la necesidad de agua para beber, la preparación de alimentos y la higiene personal.

La calidad del agua que la población recibe es una de las preocupaciones constantes, por ello las normas y reglamentos que rigen este recurso listan los límites y requisitos a cumplir para asegurar que no harán daño alguno a la salud del consumidor.

Por lo tanto el Laboratorio de Alimentos y Toxicología realiza la validación de las metodologías analíticas en el análisis de aguas de consumo humano y lograr tener una opinión acerca de la calidad del recurso.

Se realizó la validación de las metodologías analíticas para la determinación de parámetros fisicoquímicos como son: turbidez por nefelometría, sólidos totales disueltos por conductimetría y dureza total por electrometría en agua de consumo humano y agua envasada para mantener el aseguramiento de la calidad y demostrar que los métodos de estudio cumplen con los requisitos específicos para su uso.

Desarrollando tres etapas para cumplir con los requisitos de la validación y los objetivos planteados: establecimiento del protocolo de validación, realización de la validación y la elaboración de un resumen del informe de validación. En un periodo de 6 meses a partir de marzo a septiembre del 2023.

La validación es el proceso establecido para la obtención de pruebas documentadas y demostrativas de que un método de análisis es lo suficiente fiable y reproducible para producir el resultado previsto dentro de intervalos o parámetros definidos y para el propósito requerido. La validación se basa junto a la reglamentación actual para el control de calidad del agua, dichos reglamentos son el Reglamento Técnico Salvadoreño 13.02.01:14 Agua. Agua de Consumo Humano. Requisitos de Calidad e Inocuidad y la Norma Salvadoreña Obligatoria 13.07.02:08 Agua. Agua envasada las cuales presentan los límites permisibles para los parámetros evaluados.

Siendo para el Reglamento Técnico Salvadoreño 5 Unidades Nefelométricas de Turbidez (UNT) para turbidez, 500 mg/L en dureza total y 1000 mg/L en sólidos totales disueltos. Según la Norma Salvadoreña Obligatoria 1 UNT para turbidez, 400 mg/L en dureza total y 600 mg/L en sólidos totales disueltos respectivamente.

No obstante el agua de consumo humano segura, no ocasiona ningún riesgo significativo para la salud cuando se consume a lo largo de toda una vida, aun cuando se tengan agua contaminadas por estos parámetros. Sin embargo puede influir en parámetros estéticos como apariencia y aceptabilidad. La aceptabilidad por los consumidores es posiblemente el factor más importante que se debe tener en cuenta al decidir si recomendar o no a los consumidores que usen el agua para beber o realizar otras actividades.

El proceso de validación de los métodos que se presentan se concentra en el proceso de evaluar los parámetros de rendimiento. Siendo que estos se establecen de acuerdo al tipo de método evaluado según la Guía de validación G 9.6 Validación de Métodos Analíticos Físicoquímicos; donde se incluyen: linealidad, exactitud, precisión, límite de detección, límite de cuantificación e incertidumbre.

Se presenta un resumen del informe de validación para la cuantificación de las metodologías analíticas evaluadas, el cual contendrá la información suficiente para poder concluir con el tratamiento estadístico de los datos y su posterior discusión acerca de la validación que se ha desarrollado. Demostrando que un método es utilizable para un analito en una matriz determinada con forme a los resultados obtenidos.

CAPÍTULO II

2.0 OBJETIVOS

2.1 Objetivo general:

Validar el método analítico para la cuantificación de turbidez por método nefelométrico, sólidos totales disueltos por conductimetría y dureza total por electrometría en aguas de consumo humano y agua envasada.

2.2 Objetivos específicos:

- 2.2.1 Diseñar un protocolo de Validación del método analítico para la cuantificación de turbidez por método nefelométrico, sólidos totales disueltos por conductimetría y dureza total por electrometría en aguas de consumo humano y agua envasada según el Standard Methods for the examination of water and wastewater 24rd Edición (2130B método nefelométrico; 2510B método conductimétrico y 2340C método titrimétrico con EDTA).
- 2.2.2 Realizar la validación de los métodos analíticos evaluando su desempeño en la cuantificación de turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total en aguas de consumo humano y agua envasada.
- 2.2.3 Elaborar un resumen del informe de validación basado en la guía de validación G 9.6 Validación De Métodos Analíticos Físicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación (OSA).

CAPÍTULO III

3.0 MARCO TEÓRICO

3.1 El agua.

El agua es uno de los recursos más importantes para la vida en el planeta. Los seres humanos dependemos de su disponibilidad no solo para el consumo doméstico, sino también para el funcionamiento y la continuidad de las actividades agrícolas e industriales. ¹

En las últimas décadas, con la finalidad de producir más alimentos y energía, así como de dotar del servicio de agua potable a una población cada vez más numerosa, la demanda por el líquido ha crecido significativamente. ¹ siendo que el agua es un recurso renovable pero finito. ²

Según el Diccionario de la Real Academia Española, el agua se define como: “Cuerpo formado por la combinación de un volumen de oxígeno y dos de hidrógeno. Líquido, inodoro, insípido en pequeña cantidad incoloro y verdoso en grandes masas, que refracta la luz, disuelve muchas manchas, se solidifica por el frío, se evapora por el calor y más o menos puro, forma la lluvia, los manantiales, los ríos y los mares.” ³

Es un material flexible, un solvente extraordinario, un reactivo ideal en muchos procesos metabólicos; tiene una gran capacidad calorífica y tiene la propiedad de expandirse cuando se congela. ²

Se ha estimado que del total de agua en el planeta, solo 2.5 % corresponde a agua dulce. Este porcentaje localizado principalmente en ríos, lagos, glaciares, mantos de hielo y acuíferos del mundo. Casi tres cuartas partes del agua dulce están contenidas en los glaciares continentales, así como el hielo, de los cuales alrededor de 97 % son prácticamente inaccesibles para su uso.

Del agua dulce existente en el planeta 30 % corresponde a agua subterránea, 0.8 % a Permafrost y solo el 0.4 % a aguas superficiales y en la atmósfera. ¹

Aun cuando el tema del agua se ha centrado principalmente en las necesidades humanas, es indispensable destacar su importancia como elemento clave para el funcionamiento y mantenimiento de los ecosistemas naturales y su biodiversidad. ¹

En la vida cotidiana la percepción directa de las sustancias disueltas en el agua lleva a clasificarla en agua dulce y salada. Al agua natural con una baja concentración de sales (< 1.000 mg/L) se llama agua dulce; y con tratamiento se usa para producir agua potable. El agua natural que contiene una concentración de sales mayor a 3.000 mg/L se considera salada (agua de mar contiene un promedio de 34.000 y 35.000 mg/L). ⁴

El agua posee propiedades únicas que la hacen esencial para la vida, como lo son:²

- Existe en las tres fases, sólida, líquida y gaseosa dentro de los límites de temperatura y presión naturales en la tierra.
- Tiene una gran capacidad calorífica. Puede absorber una cantidad de calor importante sin aumentar demasiado su temperatura.
- Tiene las propiedad de expandirse cuando se congela (en realidad, la expansión comienza a los 4° C).
- Alta constante dieléctrica: permite la disolución de sustancias iónicas y favorece su ionización.
- Alto calor latente de fusión: estabiliza la temperatura de los cuerpos de agua en el punto de congelación.
- Alto calor de vaporización: influye en la transferencia del calor del vapor de los cuerpos de agua y el vapor atmosférico.
- Alta tensión superficial. . Esto significa que el agua es pegajosa y elástica y tiende a unirse en gotas en lugar de separarse en una capa delgada y fina.

El agua es esencial para la vida y todas las personas deben disponer de un abastecimiento satisfactorio (suficiente, seguro y accesible). La mejora del acceso al agua de consumo humano puede proporcionar beneficios tangibles para la salud.⁵

En este sentido es importante conocer a cerca de los tipos de agua de consumo humano:

- Agua potable o agua para consumo humano: agua que cumple con los valores de los parámetros microbiológicos, físicos, químicos y radiológicos establecidos en el presente reglamento y que puede ser utilizada para todo uso doméstico, incluida la higiene personal y no represente riesgos para la salud según el Reglamento Técnico Salvadoreño (RTS) 13.02.01:14.⁶
- Agua envasada: es aquella apta para el consumo humano, contenida en recipientes apropiados, aprobados por la autoridad competente, con cierre hermético que garantice las características de cumplimiento de la Norma Salvadoreña Obligatoria (NSO) 13.07.02:08, sin aditivos que modifiquen sus características organolépticas, debiendo permanecer en tal condición hasta que llegue a manos del consumidor.⁷

El agua embotellada y en recipientes se encuentra disponible ampliamente en los países industrializados y en desarrollo. Los consumidores compran agua de consumo humano envasada

debido al sabor, la conveniencia o la moda, pero la seguridad y los beneficios potenciales para la salud también son consideraciones importantes.

3.1.1 Composición del agua.

- Composición de las aguas naturales: iones mayoritarios, minoritarios y trazas.

La salinidad total de las aguas superficiales continentales está determinada normalmente por la presencia de los cationes sodio, calcio, magnesio y potasio y de los aniones cloruros, sulfato y bicarbonato-carbonato. Las relaciones de equivalentes entre los principales iones en el orden mundial, tienden a ser, $\text{Ca}^{2+} > \text{Mg}^{2+} > \text{Na}^+ > \text{K}^+$ y $\text{HCO}_3^- > \text{SO}_4^{2-} > \text{Cl}^-$.²

Las concentraciones de K^+ y Cl^- son relativamente conservativas, es decir sufren pequeñas variaciones inducidas por cambios ambientales o por su utilización por seres vivos. En cambio, las concentraciones de HCO_3^- , el SO_4^{2-} y el Ca^{2+} dependen de procesos de precipitación-disolución, del metabolismo microbiano y de cambios climáticos.

3.2 Características físico-químicas del agua.

La naturaleza fisicoquímica del agua, así como su abundancia y distribución hacen de esta especie química la más importante de todas las conocidas.³ Las propiedades físicas y químicas del agua son muy importantes para la supervivencia de los ecosistemas. Es la sustancia más abundante en el planeta y la única que se encuentra en la atmósfera en estado líquido, sólido y gaseoso⁹; a temperatura ambiente, el agua pura es inodora, insípida e incolora.¹⁰

Estas propiedades se atribuyen principalmente a los enlaces de hidrogeno o bien llamados puentes de hidrogeno.⁹

Entre las moléculas de agua se establecen enlaces por puentes de hidrógeno debido a la formación de dipolos electrostáticos que se originan al situarse un átomo de hidrógeno entre dos átomos más electronegativos, en este caso de oxígeno.¹⁰

Esta característica le permite facilitar las reacciones bioquímicas necesarias para la vida, de modo que, por ser tan importante, es también muy abundante en los organismos vivos.

El agua es usada para muchas finalidades y en cada caso se requiere una calidad particular, siendo importante no utilizar agua de calidad superior para un uso que no lo requiera.

Esta calidad se califica según los requisitos en que los estándares físicos, químicos y biológicos son fijados por las normas. Es importante conocer estos requisitos para determinar si se requiere tratamiento para alcanzar la calidad deseada. Es necesario que los ensayos que evalúan dichos parámetros de calidad, deban tener aceptación universal a fin de que sean posibles las comparaciones con los estándares de calidad. ¹¹

3.2.1 Propiedades físicas.

Propiedades que se pueden medir u observar sin alterar la composición de la sustancia. Entre estas se pueden mencionar la densidad, su propiedad disolvente, polaridad, conductividad, capilaridad, tensión superficial, calor específico, temperatura de fusión y ebullición, etc.

Tabla N°1. Propiedades físicas del agua.¹²

Propiedad	Descripción
Densidad	La densidad del agua líquida es altamente estable y varía poco con los cambios de temperatura y presión. A presión normal de 1 atmósfera, el agua líquida tiene una mínima densidad a 100 °C, cuyo valor aproximado es 0,958 Kg/l. Mientras baja la temperatura va aumentando la densidad de manera constante hasta llegar a los 3,8 °C donde alcanza una densidad de 1 Kg/L. Esta temperatura representa un punto de inflexión y es cuando alcanza su máxima densidad a presión normal.
Conductividad	La conductividad eléctrica de una muestra de agua es la expresión numérica de su capacidad para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones en el agua, de su concentración total, de su movilidad, de su carga y de las concentraciones relativas, así como de la temperatura. En la mayoría de soluciones acuosas, cuanto mayor es la concentración de sales disueltas, mayor es su conductividad eléctrica.

Tabla N°1. Propiedades físicas del agua. (Continuación).

Temperatura de fusión y ebullición	Presenta su punto de ebullición de 100 °C (373,15 K) a presión de una atmósfera. El calor latente de evaporación del agua a 100 °C es 540 cal/g (o 2260 J/g) Tiene un punto de fusión de 0 °C (273,15 K) a presión de una atmósfera.
------------------------------------	--

Fuente: Elaboración propia

3.3 Calidad del agua de consumo humano.

El deterioro de la calidad del agua es un gran problema que va en aumento, y es considerado uno de los principales problemas ambientales. Las principales causas, tanto para el agua dulce como la salada, son los vertidos incontrolados de las aguas residuales urbanas e industriales, muchas veces sin tratamiento, así como las prácticas agrícolas deficientes. La contaminación atmosférica, la acumulación de sustancias químicas en suelos y sedimentos, el exceso de bombeo de aguas subterráneas, la minería y otras industrias de extracción, la destrucción de zonas pantanosas, también contribuyen a su deterioro. ²

La disponibilidad de agua es de suma importancia para la vida y el desenvolvimiento económico de cualquier región del mundo. Los recursos disponibles deben repartirse entre numerosos usuarios además de tener en cuenta las necesidades del medio ambiente. ²

La situación de la disponibilidad del agua no refleja cabalmente la magnitud del problema que enfrentan las sociedades y los ecosistemas naturales. Debido a la descarga continua de aguas residuales domésticas e industriales sin un tratamiento que elimine los contaminantes que contienen, como de los escurrimientos con fertilizantes y plaguicidas provenientes de las actividades agrícolas y pecuarias asentadas en las diferentes cuencas, la calidad de las aguas superficiales y subterráneas se afecta negativamente, poniendo en riesgo la salud de la población y la integridad de los ecosistemas. ¹

La calidad del agua es un atributo que se define en función del uso que se le asigna (por ejemplo, como agua potable, para recreación, para uso agrícola o industrial), lo que implica necesariamente la existencia de estándares de calidad específicos para los distintos usos.

El aprovisionamiento de agua para uso doméstico es el más exigente, en términos de calidad y seguridad del suministro. La calidad de agua tiene consecuencias directas en la salud humana.

La salud humana depende no sólo de la cantidad de agua suministrada, sino principalmente de la calidad.²

- Derecho humano al agua y saneamiento

Art. 1.- El Salvador reconoce el derecho humano al agua siendo este el derecho de todas las personas, a disponer agua de calidad, suficiente, segura, accesible y asequible. Asimismo, también reconoce el derecho humano al saneamiento siendo este el derecho que tienen las personas sin discriminación alguna a un saneamiento que sea salubre, higiénico, seguro, social y que garantice la dignidad. Ambos derechos son componentes del derecho a un nivel de vida adecuado.¹³

La calidad del agua de un cuerpo superficial o subterráneo depende de múltiples factores, algunos de los cuales la reducen directa o indirectamente.

Entre los factores que reducen la calidad del agua destacan:

Las descargas directas de agua o residuos sólidos provenientes de las actividades domésticas, agropecuarias o industriales; la disposición inadecuada en el suelo de residuos sólidos urbanos o peligrosos puede ocasionar, indirectamente, que escurrimientos superficiales y lixiviados contaminen los cuerpos de agua y los acuíferos.

Por otro lado, y actuando para mejorar la calidad del agua, está la capacidad natural de los ecosistemas acuáticos para descomponer o inmovilizar los contaminantes.¹

La contaminación consiste en una modificación generalmente, provocada por el hombre, la cual es de origen antropogénico. De igual forma la contaminación de las fuentes de agua puede ser de origen natural, sin embargo la mayoría de los casos es por causas del hombre.

- Impactos antropogénicos sobre la calidad del agua.

Con el advenimiento de la industrialización y el aumento de la población, se han incrementado las necesidades de agua, cada vez con mejor y mayor calidad. A su vez los requerimientos han emergido principalmente para: agua potable e higiene personal.

Aunque el mayor porcentaje de la degradación de la calidad del agua, a nivel mundial, es debida a las influencias antropogénicas, hay eventos naturales y catástrofes ambientales que pueden ser localmente graves deterioros del ambiente acuático. La recuperación de la calidad de las aguas naturales toma con frecuencia muchos años.⁴

En general, los contaminantes pueden ser liberados al ambiente como gases, sustancias disueltas o en forma particulada. La mayor fuente de contaminación de las aguas superficiales es la acumulación y descarga de las aguas residuales domésticas, agrícolas, industriales, ganaderas, etc.

Una vez la causa de la degradación de la calidad del agua ha sido eliminada o reducida, el periodo de recuperación puede tardar mucho tiempo; de ahí que hayan principios o niveles de tolerancia establecidos por las autoridades ambientales. El proceso de fijar estos parámetros se desarrolla a través de experimentos científicos, pudiendo estar basados en la morbilidad o toxicidad crónica para el hombre o vida acuática.

Entre los parámetros ambientales que se usan como indicadores de la calidad del agua están: pH, conductividad eléctrica, dureza, oxígeno disuelto, demanda química de oxígeno, demanda bioquímica de oxígeno, turbidez, sulfatos, nitratos, nitritos, amonio, fosfatos y metales pesados.⁴

Generalmente, los parámetros que se utilizan para determinar la calidad de un agua pueden ser:¹²

- Físicos: Estos parámetros dan una información clara de determinadas características del agua, como son el pH, los sólidos en suspensión, color, olor, sabor, temperatura, turbidez, conductividad, etc.
- Químicos inorgánicos: abarca todos los cationes, aniones, metales traza, determinados índices de contaminación, etc.
- Químicos orgánicos: son el grupo más amplio y complejo, abarcando por un lado indicadores del contenido orgánico en general, como la Demanda Biológica de Oxígeno, Carbono Orgánico Total, o bien otros como aceites y grasas, plaguicidas, detergentes,¹² dureza, oxígeno disuelto, materia orgánica, nutrientes y metales pesados.² etc. La determinación de estos parámetros también puede presentar complejidad.
- Microbiológicos: Abarcan dos amplios campos muy diferenciados: los bacterianos y los de los demás organismos, vegetales o animales, susceptibles de estar presentes en las aguas.
- Radiológicos: Como más importantes abarcan las partículas alfa y beta y las radiaciones gamma.

Es importante tomar en cuenta aspectos que, aunque no directamente relacionado a la salud, son parte importante en la definición de la calidad del agua para consumo humano, como son las percepciones de los consumidores relacionadas a aspectos estéticos. De esta manera, las percepciones de los consumidores en respecto a la turbidez, el color, el sabor y el olor son parámetros importantes de calidad del agua. Estos parámetros indican: ¹⁰

Tabla N°2. Percepciones de los consumidores: turbidez – color – sabor - olor.¹⁰

Turbidez	En exceso de cinco UNT que es un parámetro objetable por los consumidores.
Color	Idealmente el agua no debería presentar color. Este puede estar relacionado con la presencia de materia orgánica o sustancias industriales altamente coloradas. La experiencia muestra que los consumidores pueden llegar a buscar alternativas, muchas de ellas inseguras, cuando las fuentes de agua presentan niveles de color estéticamente desagradables (que exceden las 15 unidades de color verdadero TCU).
Olor	Normalmente es asociado con la presencia de sustancias orgánicas o por la contaminación industrial.
Gusto	El agua debería ser libre de gusto y olores objetables por los consumidores. Normalmente son las causas más comunes de queja de los consumidores. Pueden ser un indicador de cambio en la calidad así como deficiencia en el proceso de tratamiento.

Las percepciones de la calidad del agua de los usuarios son buenos predictores de la calidad efectiva del agua. Del total de agua usado el 31.9% es para uso doméstico, el 20.7% es para uso industrial y el 47% del sector agrícola. ¹⁰

3.4 Indicadores de la calidad del agua.

Agua potable es la que contiene sustancias extrañas en cantidades comprendidas dentro de ciertos límites que la hacen apta para el consumo humano.¹¹ Por ello mantener estas cantidades es importante para los consumidores ya que si bien el agua puede verse cristalina, esta podría contener elementos en concentraciones altas que la hacen perjudiciales en la salud.

3.4.1 Turbidez.

La turbidez, expresada generalmente como unidades nefelométricas de turbidez (UNT), describe la pérdida de claridad del agua causada por partículas en suspensión (por ej., arcilla y

sedimentos), precipitados químicos (por ej., manganeso y hierro), partículas orgánicas (por ej., desechos vegetales) y organismos.⁵

Se define la turbidez según el RTS como: expresión de la propiedad óptica de la muestra, que causa que los rayos de luz se dispersen y absorban, en lugar de ser transmitidos en línea recta a través de la muestra, debido a la presencia de sólidos suspendidos en el agua.⁶

Definida en términos generales como una mezcla que oscurece y disminuye la claridad natural o transparencia del agua.⁴

Se mide la extensión con la que un rayo de luz es reflejada en su paso por el agua con un ángulo de 90°. Esta reflexión se produce debido al efecto Tyndall que caracteriza a los sistemas coloidales.²

A medida que aumenta la turbidez, reduce la claridad del agua a la luz transmitida al hacer que la luz se disperse y se adsorba.¹⁴ Los resultados de turbidez se obtienen a partir de la dispersión y absorción de la luz incidente sobre las partículas, y están controladas por el tipo y concentración de materia suspendida.⁴

Turbiedad es un parámetro amplio usado alrededor del mundo para describir la calidad del agua.¹¹

La turbidez es un parámetro estético importante, siendo visibles turbidez de 4 UNT y superiores, que afectan la apariencia y la aceptabilidad del agua potable para los consumidores.¹⁴

Es producida por materiales en suspensión como arcilla, cieno o materias orgánicas e inorgánicas finamente divididas, compuestos orgánicos solubles coloreados, plancton y otros microorganismos. Tales partículas varían en tamaño desde 0.1 hasta 1000 nm (nanómetros) de diámetro.⁴

La precisión y la sensibilidad siempre son importantes, pero suelen ser más críticas cuando se miden turbidez por debajo de 1 UNT. Aunque diferentes instrumentos pueden producir cierto grado de variabilidad, los medidores de turbidez pueden brindar resultados consistentes y confiables, siempre que se implementen una calibración y mantenimiento cuidadosos, procedimientos operativos estándar y capacitación de analistas.

Dado que la turbidez medida en las muestras recolectadas puede cambiar como resultado de las variaciones de temperatura, la floculación de partículas y la sedimentación, las muestras deben analizarse lo antes posible.¹⁴

La materia presente en el agua se puede encontrar disuelta, en suspensión (particulada) o coloidal. La turbidez es un parámetro usado habitualmente en aguas naturales como indicador de la presencia de sólidos, especialmente coloidales.²

En el agua de consumo humano, ciertos organismos perjudiciales o las partículas que los protegen de los procesos de desinfección afectan en forma adversa la calidad del agua. Generalmente las aguas turbias son rechazadas; las comunidades se resisten a utilizarlas, aunque la calidad química y bacteriológica sea satisfactorias. A veces el agua aunque este muy clara puede encontrarse contaminada por virus o productos tóxicos que no son causantes de turbidez.¹¹

El aumento de la turbidez reduce la claridad del agua al limitar la transmisión de la luz. Debajo de 4 UNT, la turbidez se puede detectar solo con instrumentos, pero con 4 UNT o más, puede verse una suspensión de color blanco lechoso, barroso, rojo-marrón o negra. Los grandes sistemas de agua municipales deben producir consistentemente agua sin turbidez visible (y deben ser capaces de alcanzar 0.5 UNT antes de la desinfección en todo momento y un promedio de 0.2 UNT o menos).⁵

3.4.2 Sólidos totales disueltos.

A la conductividad se la define como la capacidad de que una sustancia pueda conducir la corriente eléctrica, y por tanto es lo contrario de la resistencia eléctrica. La unidad de medición utilizada comúnmente es el Siemens/cm (S/cm), en millonésimas (10^{-6}) de unidades, es decir microsiemens/cm ($\mu\text{S/cm}$).¹⁵

También se le conoce como residuo filtrable y es la concentración de sustancias disueltas en el agua, e incluye materia mineral y orgánica, este o no en forma iónica.¹⁶ No es un parámetro específico de una especie concreta sino que engloba al conjunto de iones.²

Esta capacidad depende de la presencia de iones, de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura.¹⁷

Puesto que a mayor temperatura, menor viscosidad, y a menor viscosidad, mayor libertad de movimiento, la temperatura también tiene una marcada influencia sobre la conductividad eléctrica de un sistema acuoso. Si bien el incremento de la conductividad eléctrica con la temperatura puede variar de un ion a otro, en general, se acepta que ésta aumenta en promedio un 3% por cada grado centígrado que aumente la temperatura.¹²

Los sólidos totales disueltos (TDS) son la suma de todos los minerales, metales y sales disueltas en el agua y es un buen indicador de la calidad del agua.¹⁸

El contenido de minerales, determinado por los sólidos totales disueltos, es un rasgo esencial en cualquier cuerpo de agua y es consecuencia entre el balance entre disolución y precipitación.⁴

Los sólidos totales disueltos comprenden las sales inorgánicas (principalmente de calcio, magnesio, potasio y sodio, bicarbonatos, cloruros y sulfatos) y pequeñas cantidades de materia orgánica que están disueltas en el agua.⁵ La materia orgánica que contribuye al TDS se determina en términos de demanda bioquímica de oxígeno y demanda química de oxígeno.¹⁹

Al hablar de estas sales inorgánicas se tiene que para las aguas dulces o naturales los iones más correlacionados especialmente con el TDS son el cloruro, sodio y magnesio.²⁰

Los TDS presentes en el agua de consumo humano provienen de fuentes naturales, aguas residuales, escorrentía urbana y aguas residuales industriales. Debido a las diferentes solubilidades de diferentes minerales, las concentraciones de TDS en el agua varían considerablemente de unas zonas geológicas a otras.

En cuanto a la aceptabilidad de las aguas con presencia de TDS en concentraciones representativas, el sabor del agua con una concentración de TDS menor que 600 mg/L suele considerarse aceptable, pero a concentraciones mayores a aproximadamente 1000 mg/L, la aceptabilidad del sabor del agua de consumo humano disminuye significativa y progresivamente.

No se dispone de datos confiables sobre posibles efectos para la salud asociados a la ingestión de TDS presentes en el agua de consumo humano y no se propone ningún valor de referencia basado en la salud. No obstante, la presencia de concentraciones altas de TDS en el agua de consumo humano puede resultar desagradable para los consumidores.⁵

Los sólidos totales disueltos, expresados en mg/L, pueden ser obtenidos por multiplicación de la conductividad con un factor comprendido entre 0.55-0.75 en las agua de baja conductividad como el agua dulce, (este factor puede ser determinado por cada cuerpo de agua).⁴

3.4.2.1 Relación de conductividad y TDS.

La conductividad y los sólidos totales disueltos son parámetros de calidad del agua que se utilizan para describir el nivel de salinidad.

El proceso de obtención de TDS a partir de una muestra de agua es más complejo que el de conductividad. Mientras que el análisis de TDS es muy importante porque puede ilustrar la calidad del agua subterránea. La conductividad es la medida de la capacidad del líquido para conducir una carga eléctrica, su capacidad depende de las concentraciones de los iones disueltos, la fuerza iónica y la temperatura de las mediciones.²⁰

La conductividad se puede medir de forma sencilla y económica mediante un medidor portátil; mientras que el análisis de TDS es más difícil y costoso ya que necesita más equipos y tiempo²⁰ (método gravimétrico).

Estos dos parámetros están correlacionados y normalmente se expresan mediante una ecuación, de modo que la concentración de TDS pueda calcularse a partir del valor de conductividad ²⁰ (Ec. 1).

El valor de k aumenta junto con el aumento de iones en el agua,²⁰ o bien dependiendo del tipo de agua las cuales tienen concentraciones diferentes de conductividad (Tabla 4). Proporcionando así un valor de k específico para un rango especial de conductividad.

En soluciones acuosas la conductividad es directamente proporcional a la concentración de sólidos disueltos, por lo tanto cuanto mayor sea dicha concentración, mayor será la conductividad.¹⁸

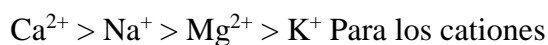
3.4.3 Dureza total.

La dureza se define como la suma de todos los cationes multivalentes presentes en el agua. Los más importantes son calcio y magnesio y suele calcularse su valor como la suma de ellos.

La dureza se expresa, no en concentración molar de iones, sino como la masa en miligramos por litro de carbonato de calcio (mg/L CaCO₃).²

La dureza de las aguas está producida por la presencia de iones metálicos como el Ca⁺² y Mg⁺² en disolución. Pero de hecho todos los cationes divalentes originan dureza.³

La concentración relativa de los iones o microcomponentes más importantes del agua, en orden decreciente, es la siguiente: ²¹



Los iones de calcio y magnesio son los principales cationes bivalentes y conjuntamente constituyen el 95% de lo que se conoce como Dureza del Agua, la cual es una mezcla compleja y variable de cationes y aniones.

El término dureza se refiere al contenido total de iones alcalinotérreos que hay en el agua. Como la concentración de Ca^{2+} y Mg^{2+} , es normalmente, mucho mayor que la del resto de iones alcalinotérreos, la dureza es prácticamente igual a la suma de las concentraciones de estos dos iones.²¹

$$\text{Dureza} = [\text{Ca}^{2+}] + [\text{Mg}^{2+}]$$

Los compuestos de calcio (Ca^{2+}) son estables en agua cuando el dióxido de carbono está presente, pero su concentración puede caer cuando el carbonato de calcio se precipita debido al incremento de la temperatura del agua, la actividad fotosintética o por la pérdida de dióxido de carbono causada por el incremento de la presión. Las concentraciones de calcio en las aguas naturales son típicamente menores de 15 mg/L, aunque para aguas asociadas con rocas ricas en carbonato, las concentraciones pueden estar entre 30 y 100 mg/L.⁴

El calcio se disuelve prácticamente de todas las rocas, y, por lo tanto, se detecta en todas las aguas.²¹

El magnesio se encuentra en las aguas naturales como Mg^{2+} y procede principalmente de la meteorización de las rocas que contienen minerales de ferromagnesio y de las rocas que contienen carbonatos. La concentración natural del magnesio en las aguas puede llegar a más de 100 mg/L, dependiendo del tipo de roca. Aunque el magnesio se usa en muchos procesos industriales, estos contribuyen relativamente poco al contenido total de magnesio en las aguas superficiales.⁴

En el mundo existen una serie de clasificaciones del agua respecto a su contenido de dureza, siendo la clasificación más utilizada la de la Organización Mundial de la Salud (OMS).²¹

Tabla N°3. Clasificación de aguas según el grado de dureza.²¹

CaCO ₃ (mg/L)	Tipo de agua
0-60	Blanda
61-120	Moderadamente dura
121-180	Dura
>180	Muy dura

La determinación de la dureza es una prueba analítica útil, que mide la calidad del agua para usos doméstico e industrial. Es una prueba importante para la industria, ya que al calentar el agua dura precipita el carbonato de calcio, el cual ocluye calderas y tubería.²¹

Las aguas duras, al calentarlas, forman precipitados de carbonato de calcio. Por otra parte, las aguas blandas, con una dureza menor a 100 mg/L, pueden tener una capacidad de amortiguación del pH baja y ser, por tanto, más corrosivas para las tuberías de agua.

Los consumidores notarán probablemente los cambios de la dureza del agua. La aceptabilidad por parte de la población del grado de dureza del agua puede variar considerablemente de una comunidad a otra.⁵

La dureza de las aguas varía considerablemente en los diferentes sitios; en general las aguas superficiales son más blandas que las aguas profundas, la dureza de las aguas refleja la naturaleza de las zonas geológicas con las que el agua ha estado en contacto. Aguas duras que exceden los límites establecidos por las entidades de control sanitario, afectan el umbral del gusto en los humanos.²²

El valor del umbral gustativo del ion calcio se encuentra entre 100 y 300 mg/L, dependiendo del anión asociado, mientras que el del magnesio es probablemente menor que el del calcio. En algunos casos, los consumidores toleran una dureza del agua mayor que 500 mg/L.⁵

La dureza es un factor importante en el sabor del agua, aunque por encima de 500 mg/L el agua tiene sabor desagradable.³

Un desfase en la concentración de estos iones metálicos no alcalinos presentes en el agua y expresado en equivalentes de carbonato de calcio, denotan la calidad de esta.²² Su cuantificación viene dada según el equipo al determinar los puntos de equivalencia de los iones calcio y magnesio durante la valoración, determinados según las ecuaciones (2, 3 y 4) obteniendo la concentración en mg/L de CaCO_3 .

Sin embargo, no se propone ningún valor de referencia basado en efectos sobre la salud para la dureza del agua de uso y consumo humano.⁵

3.5 Fundamento del método.

3.5.1 Fundamento del método nefelométrico.

Un haz de luz dirigido permanece relativamente imperturbable cuando se transmite a través de agua absolutamente pura, pero incluso las moléculas en un fluido puro dispersarán la luz hasta cierto punto. Por lo tanto, ninguna solución tendrá una turbidez cero. En muestras que contienen sólidos en suspensión, la forma en que la muestra interfiere con la transmisión de luz está relacionada con el tamaño, la forma y la composición de las partículas en la solución y con la longitud de onda (color) de la luz incidente.²³

El índice de refracción de una partícula es una medida de cómo redirige la luz que pasa a través de ella desde otro medio, como el fluido de suspensión. El índice de refracción de la partícula debe ser diferente al índice de refracción del fluido de muestra para que se produzca la dispersión.

A medida que aumenta la diferencia entre los índices de refracción de la partícula suspendida y el fluido en suspensión, la dispersión se vuelve más intensa.

Efectos sobre el tamaño, forma, color y concentración en la dispersión de la luz: ²³

- Tamaño.

Una partícula diminuta interactúa con la luz incidente al absorber la energía de la luz y luego, como si fuera una fuente de luz puntual, reirradia la energía de la luz en todas las direcciones. Esta nueva radiación omnidireccional constituye la "dispersión" de la luz incidente.

La distribución espacial de la luz dispersada depende de la relación entre el tamaño de las partículas y la longitud de onda de la luz incidente.

- Forma.

La forma de las partículas y el índice de refracción también afectan la distribución y la intensidad de la dispersión. Las partículas esféricas exhiben una mayor relación de dispersión adelante-atrás que las partículas enrolladas o en forma de varilla.

- Color.

El color de los sólidos en suspensión y el fluido de la muestra son significativos en la detección de luz dispersa.

- Concentración.

La dispersión de la luz se intensifica a medida que aumenta la concentración de partículas. Pero a medida que la luz dispersa choca con más y más partículas, se produce una dispersión

múltiple y aumenta la absorción de la luz. Cuando la concentración de partículas supera cierto punto, los niveles detectables de luz transmitida y dispersada caen rápidamente, marcando el límite superior de turbidez medible.

3.5.1.1 Instrumento (Nefelómetro).

El sistema óptico del instrumento normalmente incluye una lámpara, lentes y aberturas para enfocar la luz, un detector de 90 grados para controlar la luz dispersa.²³

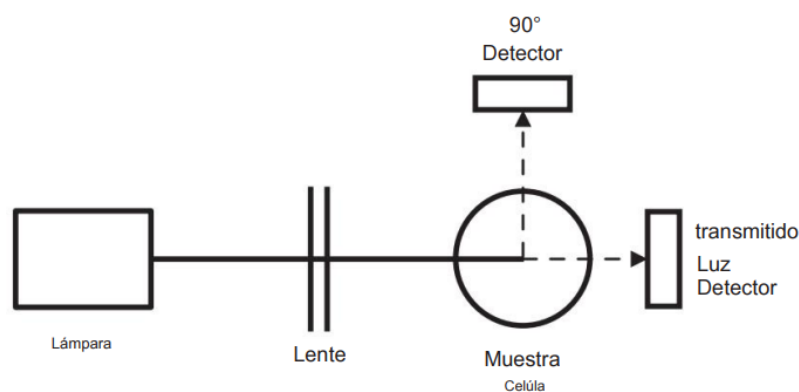


Figura N°1. Sistema óptico general del turbidímetro.²³

3.5.2 Fundamento del método conductimétrico.

- Medida de conductividad¹⁵

Es posible diferenciar los distintos conductímetros según el método de medición que utilicen, es decir amperométrico o potenciométrico.

El sistema amperométrico aplica una diferencia potencial conocida a dos electrodos y mide la corriente que pasa a través de ellos.

Se recomienda el sistema amperométrico para soluciones con baja concentración de sólidos disueltos, generalmente hasta un gramo por litro (aproximadamente 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$).

El sistema potenciométrico de cuatro anillos está basado en el principio de inducción, y elimina los problemas comunes asociados al sistema amperométrico como los efectos de la polarización. Los dos anillos externos aplican un voltaje alternativo e inducen un bucle de voltaje en la solución. Los dos anillos internos miden las bajadas de voltaje inducidas por el bucle de corriente, que depende de la conductividad de la solución. Una capa de PVC mantiene el campo de corriente fijo y constante.

Utilizando el método de 4 anillos es posible medir la conductividad con rangos de hasta 200,000 $\mu\text{S}/\text{cm}$ y 100g/L. Por tanto se presenta como el método más efectivo para la medida de la conductividad eléctrica en disoluciones.

En general, el flujo de electricidad a través de un conductor es debido a un transporte de electrones. Según la forma de llevarse a cabo este transporte, los conductores eléctricos pueden ser de dos tipos: conductores metálicos o electrónicos y conductores iónicos o electrolíticos.

A este segundo tipo pertenecen las disoluciones acuosas. En ellas la conducción de electricidad al aplicar un campo eléctrico se debe al movimiento de los iones en disolución, los cuales transfieren los electrones a la superficie de los electrodos para completar el paso de corriente.

La conductividad eléctrica (CE) de una disolución puede definirse como la aptitud de ésta para transmitir la corriente eléctrica, y dependerá, además del voltaje aplicado, del tipo, número, carga y movilidad de los iones presentes y de la viscosidad del medio en el que éstos han de moverse.

La conductividad de una solución se determina por un movimiento iónico. La temperatura afecta al movimiento iónico, por ello es necesario compensar la temperatura cuando se realizan mediciones de precisión. Generalmente, para realizar mediciones comparativas, la temperatura estándar es de 20 °C o 25° C.¹⁵

El coeficiente de temperatura depende principalmente de los iones que están en la solución, pero su comportamiento rara vez es lineal.²⁴ Lo mejor es usar una celda de medición con un sensor de temperatura integrado.

Para el caso el método cuenta con una celda de medida de la conductividad de 5 anillos y sensor de temperatura integrado; minimizando efectos adversos y obteniendo resultados más exactos y precisos.

3.5.2.1 Relación en el cálculo.

Existen aplicaciones en las que no interesa la conductividad, sino el contenido total de las sales disueltas.

La separación en los iones individuales no se puede lograr midiendo la conductividad, ya que cada tipo de ion hace una contribución diferente a la conductividad total. Por ello, en esta determinación se compara la conductividad de la solución muestra con la de las soluciones salinas

puras (normalmente NaCl) y se indica la concentración de sal correspondiente. La conductividad se convierte mediante un factor, que depende de la forma en que se quiera expresar el resultado.

La siguiente tabla muestra los valores que el factor “k” según los tipos de agua:

Tabla N°4. Correlación EC Y TDS en varios tipos de agua.²⁰

EC a 25 °C	Relación TDS/EC (k)
Agua natural para riego	0.55-0.75
Agua natural, EC = 500-3000 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.55-0.75
Agua destilada, EC = 1-10 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.5
Agua dulce, EC = 300-800 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.55
Agua de mar, EC = 45.000-60.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.7
Agua salada, EC = 65.000-85.000 $\mu\text{S}/\text{cm}$	0.75

Estimar el total de sólidos totales disueltos (mg/L) en una muestra multiplicando la conductividad (en micromhos por centímetro) por un factor empírico. Este factor puede variar de 0.55 a 0.9 (Standard Methods 2022), dependiendo de los componentes solubles del agua y de la temperatura de medición.²⁵ La fórmula empleada es como se muestra:

$$TDS (mg/L) = k \times EC (\mu\text{S}/\text{cm})^{20} \quad \text{Ec. 1}$$

Donde:

TDS: concentración de sólidos totales disueltos.

k: factor de conversión de conductividad.

EC: conductividad eléctrica.

El software realiza esta conversión automáticamente.

No se puede justificar el uso de un solo valor para el factor k en todos los tipos de agua, ya que se pueden introducir errores de hasta 25% a partir de esta única aproximación; de ahí que en el Laboratorio se utilice para las muestras de agua de consumo humano y envasada un valor de k=0.55.

3.5.3 Fundamento del método electrométrico.²⁶

Es parte del análisis instrumental que emplea las medidas de diferencia de potencial producidas en las celdas electroquímicas. Esta técnica es también denominada potenciometría, usada ampliamente en las medidas de la concentración de iones hidronio en solución y en titulaciones potenciométricas.

La potenciometría no es más que la medición de la diferencia de potencial de una celda electroquímica. El potenciómetro se conforma por un electrodo de referencia, un electrodo indicador o de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva) y un dispositivo para medir esa diferencia de potencial.

Todos los cambios químicos implican una reagrupación o reajuste de los electrones en las sustancias que reaccionan; por eso puede decirse que dichos cambios son de carácter eléctrico. Para producir una corriente eléctrica a partir de una reacción química, es necesario tener un oxidante, es decir una sustancia que gane electrones fácilmente (se reduzca) y, un reductor, una sustancia que pierda electrones con facilidad (se oxide).

La potenciometría es el uso de electrodos para medir voltajes y suministrar así información química. En las medidas potenciométricas, el electrodo indicador responde a los cambios de actividad del analito y el electrodo de referencia se halla en una semicelda aparte produciendo un potencial de referencia constante.²⁶

Los electrodos de referencia más utilizados son.

- El electrodo de calomel.
- El electrodo plata-cloruro de plata.

Electrodos Indicadores de uso Frecuente:

- Electrodo inerte de Pt.
- Electrodo de plata, que responde a Ag^+ .
- Electrodos selectivos de iones.

Los métodos potenciométricos pueden realizarse de dos maneras:

- Métodos de Potenciometría Directa: Consiste en la comparación directa del potencial de un electrodo sensible a la concentración de iones en la muestra, con el potencial de un segundo electrodo, cuyo valor se mantiene constante.

- Volumetría Potenciométrica: Consiste en seguir el curso de una valoración midiendo la diferencia de potencial entre los electrodos sumergido en la solución a valorar, a medida que se le agrega el valorante.

3.5.3.1 Valoraciones potenciométricas.

El potencial de un electrodo indicador adecuado puede utilizarse en forma muy conveniente para establecer el punto de equivalencia de una titulación. Son valoraciones que consisten en medir el potencial de un electrodo indicador apropiado en función del volumen del valorante.

Las medidas basadas en el volumen de valorante producen un cambio rápido del potencial cerca del punto de equivalencia. La valoración depende mucho de la disponibilidad de un valorante de concentración conocida exacta.

Debe concederse suficiente tiempo para la obtención del equilibrio después de cada adición de reactivo. La buena y constante agitación es eficaz para acelerar el logro del equilibrio.

La cuantificación de la dureza total en muestras de agua por electrometría resulta sencillo y rápido, una vez preparada la muestra (de 100 mL) con la adición del buffer para alcanzar un pH aproximado de 10 ± 0.1 restando montarla en el equipo y el cálculo automático a partir de las siguientes formulas (anexo 4):

PE1 corresponde al contenido de Ca y la diferencia de PE2 - PE1 al contenido de Mg.

Siendo que 1 mL c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L correspondiente a 4.008 mg Ca o 2.431 mg Mg.

El software realiza la conversión siguiente automáticamente.

$$\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Ca} = \text{PE1} \times 4.008 \times 1000 \times \frac{\text{Titulo}}{\text{Tamaño de Mx}} \quad \text{Ec. 2}$$

$$\frac{\text{mg}}{\text{L}} \text{Mg} = (\text{PE2} - \text{PE1}) \times 1000 \times 2.431 \times \frac{\text{Titulo}}{\text{Tamaño de Mx}} \quad \text{Ec. 3}$$

$$\text{Dureza Total} = \text{PE2} \times \text{Conc.} \times 1000 \times 100.09 \times \frac{\text{Titulo}}{\text{Tamaño de Mx}} \quad \text{Ec. 4}$$

Donde:

PE1: mL Na₂EDTA hasta el primer punto de validación.

PE2: mL Na₂EDTA hasta el segundo punto de validación.

Conc: 0.1 (concentración de Na₂EDTA en mol/L).

Título: título de la solución Na₂EDTA.

Tamaño de Mx: volumen de la muestra en mL (100).

3.6 Salud en el agua de consumo.

El agua de consumo humano segura, como se define en las guías para la calidad del agua del consumo humano (Guías, 2011), no ocasiona ningún riesgo significativo para la salud cuando se consume a lo largo de toda una vida.⁵

El agua de consumo humano se requiere para todos los usos domésticos habituales, incluida el agua para beber, para la preparación de alimentos y para la higiene personal.⁵

La Asamblea General de las Naciones Unidas, en 2010, estableció el derecho al agua potable y saneamiento como un derecho humano esencial para el pleno disfrute de la vida y de todos los derechos humanos.² El acceso al agua es una necesidad humana fundamental y por ende un derecho humano básico.¹⁰

En este sentido, la contaminación revela el doble papel del recurso hídrico como insumo para el proceso de desarrollo sostenible y como sumidero receptor de los desechos de este proceso.

La aceptabilidad por los consumidores es posiblemente el factor más importante que se debe tener en cuenta al decidir si recomendar o no a los consumidores que usen el agua para beber o realizar otras actividades.⁵

3.6.1 Aceptabilidad para los consumidores.

Aunque, en una situación de emergencia, suministrar agua que contenga una concentración de una sustancia mayor que la que normalmente sería deseable puede no suponer un riesgo excesivo para la salud, el agua puede no ser aceptable para los consumidores. Algunas sustancias que pueden contaminar el suministro de agua de consumo humano como consecuencia de vertidos pueden generar problemas organolépticos.

En estas circunstancias, el agua de consumo humano puede resultar tan desagradable que el agua resulte imbebible o que los consumidores recurran a otras fuentes de agua de consumo humano cuyo riesgo para la salud puede ser mayor siendo que el 90% de las fuentes de agua dulce están contaminadas.⁶ Además, si el agua está claramente contaminada, la percepción de la calidad deficiente del agua puede hacer que algunos consumidores se sientan indispuestos.⁵

Las problemáticas de contaminación en El Salvador son muy complejas y abarcan distintos tipos de contaminantes, sin embargo, para el área rural los principales factores de riesgo para la salud los constituyen los contaminantes microbiológicos.¹⁰ Siendo que en las partículas de turbidez puede contener agentes patógenos adheridos a las partículas en suspensión.¹¹

Las biopelículas se encuentran naturalmente en los sistemas de agua, y su extensión y espesor están influenciados por factores como el flujo, los residuos de desinfectantes y los nutrientes en el agua potable. Los patógenos oportunistas como *Legionella*, *Pseudomonas* y micobacterias pueden crecer y sobrevivir en las biopelículas, pero la mayoría de los organismos de las biopelículas no son patógenos. Además, los patógenos entéricos que contaminan los sistemas de agua a través de un tratamiento deficiente, roturas de la red eléctrica y otras fallas pueden depositarse en biopelículas y sobrevivir por períodos más prolongados.¹⁴

Aunque las biopelículas generalmente tienen una importancia limitada para la salud pública, la resuspensión puede aumentar la turbidez y la decoloración, y producir sabores y olores distintivos; además, las biopelículas aumentarán la demanda de desinfectantes.¹⁴

La turbidez visible reduce la aceptabilidad del agua potable. Si bien la mayoría de las partículas que contribuyen a la turbidez no tienen importancia para la salud (aunque pueden indicar la presencia de contaminantes químicos y microbianos peligrosos), muchos consumidores asocian la turbidez con la seguridad y consideran que el agua turbia no es segura para beber. Esta respuesta se exagera cuando los consumidores están acostumbrados a recibir agua filtrada de alta calidad. Si los consumidores pierden la confianza en el abastecimiento de agua potable, pueden beber menos agua o usar fuentes alternativas de menor turbiedad que tal vez no sean seguras. Las quejas sobre turbidez inesperada siempre se deben investigar porque podrían reflejar fallas o brechas significativas en los sistemas de distribución.⁵

Lograr turbidez baja en el agua potable es un indicador comprobado de la eliminación de patógenos y, por lo tanto, de la seguridad del agua potable. Los incidentes de turbidez elevada se han asociado con varios brotes de enfermedades. Sin embargo, no se ha demostrado una relación proporcional directa entre la eliminación de la turbidez y los patógenos.¹⁴

Es un hecho conocido que la dureza del agua está relacionada con ciertas enfermedades cardiovasculares, observándose un descenso de mortalidad a medida que se incrementa la dureza. También es regla general que la toxicidad de los contaminantes es significativamente menor en aguas duras que en aguas blandas.

Por ello, y hasta que no sea determinada la relación causa - efecto, el ablandamiento de agua destinada a la bebida no es, en general, recomendado.³

El agua se envasa para su consumo en una gama de contenedores, incluidas las latas, cajas laminadas y bolsas de plástico, pero las botellas de vidrio o de plástico son las más comunes. El

agua embotellada también se provee en varios tamaños, desde porciones individuales hasta contenedores de 80 litros. El control de la calidad de los materiales, de los envases y de las tapas del agua embotellada es de especial preocupación.

Al igual que con otras fuentes de agua de consumo humano, la seguridad se consigue a través de una combinación de gestión de la seguridad y de normas de calidad y pruebas del producto final, y es más fácil de lograr porque los lotes se pueden mantener (trazabilidad) hasta que los resultados estén disponibles.

Algunos consumidores creen que ciertas aguas minerales naturales tienen propiedades medicinales y que ofrecen otros beneficios para la salud. Algunas de estas aguas tienen mayor contenido de minerales, a veces significativamente más altas que las concentraciones normalmente aceptadas en el agua de consumo humano.

A menudo, tienen una larga tradición de uso y se aceptan, porque se consideran como alimentos en lugar de agua para bebida. Aunque ciertas aguas minerales pueden ser útiles para proveer micronutrientes esenciales, como el calcio y el magnesio, las guías (Guías, 2011), no hacen recomendaciones con respecto a las concentraciones mínimas de los elementos esenciales debido a la incertidumbre que plantea, en materia de nutrición, la ingesta de minerales a través del agua de consumo humano.⁵

3.7 Normativas.

En El Salvador la norma y reglamento que rigen la calidad del agua son la Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.02:08 Agua. Agua envasada y el Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 Agua. Agua de Consumo Humano. Requisitos de Calidad e Inocuidad, en los cuales se los parámetros de control y vigilancia para la calidad del agua envasada y agua de consumo humano.

Además se menciona el valor máximo aceptable para la turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total.

3.7.1 Requisitos físico-químicos.

El agua para consumo humano no podrá sobrepasar los valores máximos aceptables para cada una de las características físico-químicas a continuación:

Tabla N°5. Límites máximos permisibles para agua de consumo humano y envasada.^{6,7}

Parámetros	Límite Máximo Permissible Agua de consumo humano	Límite Máximo Permissible Agua envasada
Turbidez	5 UNT	1 UNT
Sólidos totales disueltos	1000 mg/L	600 mg/L
Dureza	500 mg/L	400 mg/L

3.8 Validación de métodos.

Llevada a cabo según la guía de validación G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FISICOQUÍMICOS, VERSIÓN 2, del organismo salvadoreño de acreditación OSA.

La validación es el proceso establecido para la obtención de pruebas documentadas y demostrativas de que un método de análisis es lo suficiente fiable y reproducible para producir el resultado previsto dentro de intervalos o parámetros definidos y para el propósito requerido.

Para que un resultado analítico concuerde con el propósito requerido, debe ser lo suficientemente confiable para que cualquier decisión basada en éste pueda tomarse con confianza. Así, el desempeño del método debe validarse y debe estimarse la incertidumbre del resultado a un nivel de confianza dado.

Durante el proceso de validación también se debe tener en cuenta que durante los estudios para determinar los parámetros de desempeño que marcan la calidad de una validación, se debe trabajar con equipos correctamente calibrados, y de que las personas que llevan a cabo la validación poseen los conocimientos adecuados al propósito.¹⁸

3.8.1 Validación de un Método. Definición.²⁷

El proceso de establecer las características de desempeño y limitaciones de un método y la identificación de las influencias que pueden modificar esas características y hasta qué punto. ¿Qué analitos puede determinar el método, en qué matrices, en presencia de qué interferencias? ¿En esas condiciones, qué niveles de precisión y de exactitud pueden alcanzarse?

Nota: Es aplicable cuando un método se desarrolla sin tener en mente ningún problema en particular.²⁷

3.8.2 Clasificación del método.

Se diferencian tres casos, en los que la dificultad de la validación aumenta del primero al tercero:

Tabla N°6. Clasificación de los tipos de procedimientos de ensayo y su objetivo.²⁷

Método de ensayo	Descripción	Objetivo
Método Normalizado	Se trata de un método de ensayo normalizado, que se aplica exactamente como está descrito en referencias reconocidas internacionalmente.	Comprobación de que el laboratorio domina el ensayo y lo utiliza correctamente.
Método normalizado modificado	Se trata de una modificación a un método de ensayo normalizado.	Comprobación de que la modificación introducida en el método original no afecta la capacidad del laboratorio para proporcionar resultados confiables.
Método no normalizado	Se trata de un método de ensayo que no se encuentra en referencias reconocidas internacionalmente.	Comprobación de que el método cumple con las características necesarias para dar resultados confiables para el fin propuesto.

3.8.2.1 Parámetros a validar para métodos normalizados.

Los parámetros a evaluar en la validación de métodos normalizados, método físico (Nefelométrico) según el Organismo Salvadoreño de Acreditación son los siguientes:

Tabla N°7. Parámetros para métodos normalizados.²⁷

Parámetros	Cualitativos	Cuantificación de componentes	Propiedad física
Selectividad / Especificidad	No	No	No
Linealidad	No	Si	+
Exactitud	No	Si	+
Precisión	No	Si	Si
Límite de Detección	Si	+	No
Límite de Cuantificación	No	Si	No
Robustez	No	No	No
Incertidumbre	No	Si	Si

+: Puede o no requerirse, dependiendo de la naturaleza del análisis o rango a validar.

3.8.2.2 Parámetros a validar para métodos normalizados modificados.

Los parámetros a evaluar en la validación de métodos normalizados, método físico y químico (Conductimétrico y Electrométrico respectivamente) según el Organismo Salvadoreño de Acreditación son los siguientes:

Tabla N°8. Parámetros para métodos normalizados modificados.²⁷

Parámetros	Cualitativos	Cuantificación de componentes	Propiedad física
Selectividad / Especificidad	Si	+	No
Linealidad	No	Si	+
Exactitud	No	Si	+
Precisión	No	Si	Si
Límite de Detección	Si	+	No
Límite de Cuantificación	No	Si	+
Robustez	No	+	No
Incertidumbre	No	Si	Si

+: Puede o no requerirse, dependiendo de la naturaleza del análisis o rango a validar.

3.8.3 Parámetros a validar. Descripción.

- Linealidad.

La linealidad se evaluará con la determinación de Intervalo lineal e Intervalo de trabajo.

El “intervalo de trabajo” es el intervalo en el cual el método proporciona resultados con una incertidumbre aceptable. El extremo inferior del intervalo de trabajo está determinado por el límite de cuantificación (LOQ). El extremo superior del intervalo de trabajo está definido por las concentraciones a las cuales se observan anomalías significativas en la sensibilidad analítica.

El “intervalo lineal” es la capacidad de un método analítico para dar resultados que son directamente proporcionales a la concentración del analito dentro de un intervalo dado.

Tabla N°9. Elementos utilizados en la realización del Intervalo de trabajo e Intervalo lineal.²⁷

Muestra	Repeticiones	Calcular/determinar
Medir un blanco más Estándar de referencia esparcidos uniformemente en el rango de interés.	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.	<ul style="list-style-type: none"> - Graficar la respuesta (eje y) en función de la concentración (eje x). - Calcular las estadísticas de regresión apropiadas, calcular y graficar los residuales. - La distribución aleatoria de residuales en torno a cero confirma la linealidad. - Las tendencias sistemáticas indican la no linealidad o un cambio de varianza con el nivel.
Medir, de acuerdo con el método documentado, un blanco más material de referencia o blancos de muestra adicionados esparcidos uniformemente en el rango de interés.	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.	<ul style="list-style-type: none"> - Graficar la concentración medida (eje y) en función de la concentración de las muestras de ensayo (eje x). - Calcular las estadísticas de regresión apropiadas. Calcular y graficar los residuales. - La distribución aleatoria de residuales en torno a cero confirma la linealidad. - Las tendencias sistemáticas indican la no linealidad

- Exactitud.

La evaluación práctica de la Exactitud (veracidad) se fundamenta en la comparación de la media de los resultados de un método con relación a valores conocidos, es decir, la veracidad se determina contra un valor de referencia. Se dispone de dos técnicas básicas: Verificación con respecto a los valores de referencia de un material caracterizado y comparación con otro método caracterizado.

Para verificar la Exactitud utilizando un material de referencia, se determina la media y la desviación estándar de una serie de réplicas de una prueba y se compara contra el valor caracterizado del material de referencia. El material de referencia ideal sería un material certificado de matriz natural, muy semejante a la muestra de interés. Claramente la disponibilidad de éstos materiales es limitada.

Los materiales de referencia para una validación pueden ser:

- Preparados por adición de materiales típicos con materiales de referencia con pureza certificada u otros materiales de pureza y estabilidad adecuada.

- Materiales típicos bien caracterizados, de estabilidad verificada internamente y conservados para control de calidad interno.

Tabla N°10. Elementos utilizados en la realización de la exactitud.²⁷

Muestra	Repeticiones	Calcular/determinar
Se puede utilizar como muestra lo siguiente: <ul style="list-style-type: none"> - Material de referencia certificado. - Blanco adicionado. - Material de referencia. - Matriz adicionada. - Comparación con método oficial. 	Se trabajarán 3 niveles como mínimo: <ul style="list-style-type: none"> - Bajo. - Medio. - Alto. Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado. En los niveles seleccionados se debe incluir el rango de trabajo del método. (Ver intervalo de trabajo).	Determinar el valor de Sesgo, error relativo porcentual o recuperación

Para el cálculo del parámetro de Exactitud utilizando Material de Referencia, se deberá tomar en cuenta las siguientes formulas:

$$b = \bar{X} - X_{ref}$$

$$b(\%) = \frac{\bar{X} - X_{ref}}{X_{ref}} \times 100$$

$$R(\%) = \frac{\bar{X}}{X_{ref}} \times 100$$

Donde:

\bar{X} = valor medio

X_{ref} = valor de referencia

b = sesgo

b(%) = error relativo porcentual

R(%) = recuperación aparente

Para el cálculo del parámetro de Exactitud utilizando matriz adicionada, se deberá tomar en cuenta la siguiente formula:

$$R'(\%) = \frac{\bar{X}' - \bar{X}}{X_{adición}} \times 100$$

En donde: R' (%) es la recuperación relativa de adiciones a las diferentes concentraciones.

- Precisión.

La precisión es medida mediante la repetibilidad, reproducibilidad y precisión intermedia.

- Repetibilidad: Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra en las mismas condiciones operativas (un mismo analista, mismos aparatos y reactivos, etc.) en un mismo laboratorio y en un periodo de tiempo corto.
- Precisión intermedia: Estudia la variabilidad del método efectuando una serie de análisis sobre la misma muestra, pero en condiciones operativas diferentes (diferentes analistas, aparatos, días, etc.) y en un mismo laboratorio.

Tabla N°11. Elementos utilizados en la realización de repetibilidad y precisión intermedia.²⁷

Muestra	Repeticiones	Calcular/determinar
Se puede utilizar como muestra lo siguiente: <ul style="list-style-type: none"> - Material de referencia certificado. - Blanco adicionado. - Material de referencia. - Matriz adicionada. - Muestra natural con contenido de analito dentro del rango a validar. 	Al menos tres niveles de concentración (Bajo, medio y alto) y realizar al menos 6 repeticiones en cada nivel bajo condiciones de Repetibilidad. Este parámetro deberá realizarse tomando en cuenta todo el proceso analítico para cada repetición.	Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido.
	Al menos tres niveles de concentración (Bajo, medio y alto dentro del rango a validar) y realizar al menos 12 repeticiones en cada nivel bajo condiciones de precisión intermedia. 6 repeticiones por cada condición. Este parámetro deberá realizarse tomando en cuenta todo el proceso analítico para cada repetición.	Determinar el coeficiente de variación porcentual de los resultados o del porcentaje de recobro obtenido y determinar el ANOVA de los datos.

- Límite de Detección (LOD).

Los términos como “límite de detección” (LOD), “valor mínimo detectable”. El límite de detección es cualitativo (menor cantidad detectable).

Para obtener el límite de detección de un método, el LOD debe basarse en el análisis de muestras que hayan sido sometidas a todo el proceso de medición obteniendo resultados calculados con la misma ecuación que para las muestras de ensayo. El dato más útil para la validación del método es el límite de detección del método.

Este parámetro se determina a partir de la siguiente formula:

$$LD = \frac{3.3 * sb_0}{m}$$

- Límite de cuantificación (LOQ).

El nivel más bajo en el cual el desempeño es aceptable para una aplicación típica. El límite de Cuantificación es un término cuantitativo (menor cantidad medible).

Representa la menor cantidad de analito que puede analizarse con un % de Coeficiente de Variación y de Recuperación aceptables. Concentraciones menores pueden detectarse pero no cuantificarse.

Este parámetro se determina a partir de la siguiente formula:

$$LC = \frac{10 * sb_0}{m}$$

Tabla N°12. Elementos a considerar para la realización del límite de cuantificación.²⁷

Repeticiones	Calcular/determinar	Comentarios
Para métodos cuantitativos: 10 blancos de muestras independientes medidos una vez cada uno o 10 blancos de muestras independientes fortificadas a la menor concentración aceptable medidos una vez cada uno.	Desviación estándar de la muestra s de: - Valores de blanco de muestra o - Valores de los blancos de muestra fortificadas.	Expresar límite de detección cómo la concentración del analito correspondiente a: - El valor promedio de los blancos de muestra + 3s o - 0 + 3s Expresar límite de cuantificación cómo: Valor promedio de las lecturas de los blancos + 6s o + 10s.

- Incertidumbre.

La incertidumbre es un intervalo asociado con un resultado de medida que expresa el intervalo de valores que razonablemente pueden atribuirse a la cantidad que se está midiendo. Una estimación de la incertidumbre debe tener en cuenta todos los efectos reconocidos que operan en el resultado. Las incertidumbres asociadas con cada efecto se combinan de acuerdo con procedimientos bien establecidos.

Se describen varios enfoques para obtener una estimación de la incertidumbre de los resultados de las mediciones químicas. Estos tienen en cuenta:

- La precisión a largo plazo global del método (es decir, la precisión intermedia o la reproducibilidad).
- El sesgo y su incertidumbre, incluyendo la incertidumbre estadística que corresponde a las medidas de sesgo, y la incertidumbre en el valor de referencia.
- La calibración de equipos.
- Cualquier efecto significativo que opera además de lo anterior.

Cuando la contribución de los efectos individuales es importante, por ejemplo, en los laboratorios de calibración, será necesario tener en cuenta las contribuciones individuales de todos los efectos individuales por separado.

Tabla N°13. Elementos a considerar para la realización de la incertidumbre.²⁷

Muestra	Repeticiones	Calcular/determinar
No aplica.	Utilizar la información obtenida en el proceso de confirmación o validación interna	<ul style="list-style-type: none"> - Especificar el mensurando. - Identificar las fuentes de incertidumbre. - Cuantificar los componentes de la incertidumbre (u). - Calcular la incertidumbre estándar combinada (uc). - Calcular la incertidumbre expandida (uexp).

3.8.3.1 Criterios de aceptación.

Tabla N°14. Criterios de aceptación.²⁷

Parámetro	Criterio de aceptación
Intervalo lineal.	Comportamiento lineal en la gráfica de concentración vs respuesta analítica.
	Datos aleatorios en el gráfico de residuales.
	El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero, cuando se incluyan concentraciones bajas en la curva.
Intervalo de trabajo.	$r \geq 0.98$
	El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir la unidad.
Exactitud.	Se debe tomar en cuenta lo establecido en la referencia del método.
Precisión.	Se debe tomar en cuenta lo establecido en la referencia del método.
Límite de detección.	N/A
Límite de cuantificación.	N/A
Incertidumbre.	Reportar la incertidumbre expandida con un factor de cobertura $k=2$ y un nivel de significancia del 95%. $\leq 30\%$ (según el LAT).

3.9 Metodología.

Los aspectos metodológicos utilizados para la elaboración del proyecto de validación de los métodos analíticos para la cuantificación de turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total en agua de consumo humano en la plataforma fisicoquímico.

Los ensayos se llevaron a cabo en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología LAT, en los meses de marzo a septiembre.

El enfoque para el desarrollo de la validación es cuantitativo realizando experimentos, pruebas y análisis de laboratorio. Para luego aplicar diseños estadísticos experimentales para el posterior análisis de los resultados finales.

Antes de haber realizado cualquier medición de las muestras, soluciones patrón o buffer, el turbidímetro y el módulo de conductividad fueron calibrados, para así asegurar una mejor medición de parte del equipo. La calibración del turbidímetro se realizó utilizando patrones de formazina de concentraciones conocidas de $<0,1$ UNT – 20 UNT – 200 UNT - 800 UNT que son las requeridas para la calibración del equipo. En la calibración del módulo de conductividad se utilizó una solución de KCl a $100 \mu\text{S}/\text{cm}$.

3.9.1 Muestra.

Aguas de consumo humano que ingresaron al LAT.

- Agua de consumo humano. Toma del grifo ubicado en el laboratorio.
- Agua envasada. Agua que ingreso al laboratorio en el periodo de marzo a septiembre del 2023.

3.9.2 Fuentes de información.

El análisis de los parámetros físico-químicos, se fundamentó en las siguientes guías de referencia:

- Guía de validación del Organismo Salvadoreño de Acreditación G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FISICOQUÍMICOS, VERSIÓN 2.
- Standard Methods for the examination of water and wastewater 24rd Edición (2130B método nefelométrico; 2510B método conductimétrico y 2340C método titrimétrico con EDTA), base metodológica para el análisis de: turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total.
- Manuales de procedimientos de las metodologías analíticas para la determinación de turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total en aguas de consumo humano del Laboratorio de Alimentos y Toxicología.

3.9.3 Técnicas de obtención de información.

Para esta investigación se llevó a cabo el análisis documental de bibliografía como una técnica y la observación experimental de pruebas y procedimientos estadísticos.

Consultando la información de documentos relacionados con el proyecto de validación.

Aplicando análisis a las muestras evaluadas por medio de pruebas, y recolectando la información obtenida para demostrar con los parámetros de desempeño estadísticos el cumplimiento de la investigación.

3.9.4 Herramientas para obtención de información.

Las herramientas utilizadas para la obtención de información en la validación (Formatos interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología):

Formatos de registro de recolección de datos.

- Formato de registro de pesos en balanza.
- Formato de registro de preparación de reactivos.
- Formato de registro de uso de equipos.
- Formato de cálculo para la validación del método.

Tabla N°15. Registro de pesos en balanza analítica.²⁸

Fecha	Hora	# Mx	Peso Mx	Observación	Responsable

Los datos recolectados en este formato (de balanza) incluyen únicamente pesos en cuanto a la preparación de estándares para la determinación de sólidos totales disueltos y dureza total, además de reactivos sólidos utilizados en los mismos análisis.

Siendo que el análisis para la determinación de turbidez únicamente requirió de volúmenes en su proceso.

Tabla N°16. Registro de preparación de reactivos.²⁸

Fecha	Hora	Peso	Lote	Observación	Responsable

3.9.5 Procesamiento y análisis de información.

Una vez realizadas las pruebas necesarias y su recolección de datos, se inicia con el procesamiento y análisis de la información.

- Linealidad.

Dentro del formato de cálculo para la validación del método se contó con las tablas para la evaluación del parámetro de linealidad. Parámetro aplicado al método electrométrico en la determinación de dureza total.

Tabla N°17. Cuadro resumen de resultados obtenidos en las curvas de calibración (intervalo lineal).²⁸

Replica	X = Concentración añadida (mg /L)	Y = Concentración obtenida (mg /L)	Xe	X-Xe	Y ²	Y-prom
1						
2						
3						
4						
5						
6						
Promedio						
Pendiente (m)						
Intercepto (b)						
R ²						

Xe: Concentración estimada con la curva de calibración

Tabla N°18. Cuadro resumen para la obtención de residuales en las curvas de calibración (intervalo lineal).²⁸

Replica	Y	Xe	Residuales	%
1				
2				
3				
4				
5				
6				

Tabla N°19. Cuadro resumen de resultados obtenidos en el intervalo de trabajo.

Replica	Concentración obtenida (mg /L)	Replica	Concentración obtenida (mg /L)	Replica	Concentración obtenida (mg /L)
Nivel 1 [10 mg /L]		Nivel 2 [100 mg /L]		Nivel 3 [150 mg /L]	
1		1		1	
2		2		2	
3		3		3	
Nivel 4 [200 mg /L]		Nivel 5 [250 mg /L]			
1		1			
2		2			
3		3			

Fuente: Elaboración propia

- Exactitud.

Los datos recolectados durante las pruebas realizadas se colocaran en formatos de las tablas siguientes:

Tabla N°20. Cuadro resumen de resultados obtenidos en exactitud.

Concentración blancos (UNT o mg /L)		1		2		3	
Nivel	Concentración esperada (UNT o mg /L)	Replica					
		1	2	3	4	5	6
Nivel bajo							
Nivel medio							
Nivel alto							

Fuente: Elaboración propia

Tabla N°21. Cálculos para la determinación de parámetros estadísticos de exactitud.

Promedio							
Desviación estándar (S)							
Recuperación							
Sesgo							
Intervalo de confianza							
Coefficiente de variación (CV %)							
Incertidumbre estándar de recuperación							

Fuente: Elaboración propia

- Precisión. Repetibilidad y precisión intermedia.

Tabla N°22. Recolección de datos y cálculos para la determinación de parámetros estadísticos de repetibilidad y precisión intermedia.

Replica	Analista 1	Analista 2	Parámetro	Analista 1	Analista 2
1			Promedio		
2			Varianza		
3			Desviación estándar (S)		
4			Coefficiente de variación (CV %)		
5			Grados de libertad		
6			F calculado		
			F 0,05		
			Incertidumbre combinada		

Fuente: Elaboración propia

- Límite de detección y límite de cuantificación.

Tabla N°23. Cálculos para la determinación del parámetro estadístico límite de cuantificación.²⁸

Replica	Concentración obtenida		
1			
2			
3			
4			
5			
6			
7			
8		Promedio	
9		Desviación estándar (S)	
10		$10*S = LC$ calculado	

El formato de procesamiento y análisis de información para el caso del límite de detección es el mismo, aplicando la fórmula $LD = 3.3*S$.

3.9.6 Análisis de las muestras.

Para la elaboración de las curvas de calibración (intervalo lineal) en el método electrométrico se tomaron 5 diferentes concentraciones (al igual que el intervalo de trabajo (tabla 17)) los cuales estuviesen en puntos equidistantes, o cercano a esos puntos, dentro del rango de la curva planteada, tomando en cuenta también los extremos de la misma, cada curva se realizó 4 veces el mismo día. A las concentraciones según la tabla 19, donde los rangos alto, medio y bajo se encuentran presentes para los dos tipos de agua evaluada.

En los parámetros de exactitud y precisión las técnicas utilizadas al momento de leer las muestras fueron muy importante en especial para la turbidez, siendo que tanto la temperatura y la agitación de las muestras intervinieron en estos parámetros; además de tener en cuenta que después de haber preparado las soluciones se debe proceder inmediatamente al análisis. Las fortificaciones se realizaron a 3 concentraciones por sextuplicado en los mismos días. Permitiendo obtener un porcentaje de recuperación al realizar 3 lecturas de blancos sin fortificar.

En los sólidos totales disueltos el estándar adicionado debe estar correctamente disuelto y homogéneamente distribuido por toda la muestra, para lo cual, las soluciones se debe mantener en

constante agitación. Esto se logra con la incorporación del equipo, el cual cuenta con un agitador magnético (stirrer) para lograr un movimiento de los iones constante durante la lectura.

En el análisis de la precisión intermedia para cada método aplicando el análisis de varianza ANOVA, se realizó con un diseño teniendo la variación de 2 analistas y así poder determinar diferencias significativas entre ambos. Teniendo fortificaciones a 3 concentraciones leídas por sextuplicado el mismo día.

CAPÍTULO IV

4.0 RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

Se validaron los métodos: nefelométrico, conductimétrico y electrométrico en la determinación de turbidez, sólidos totales disueltos y dureza total respectivamente; en las matrices agua de consumo humano y envasada. Los parámetros de desempeño seleccionados son: linealidad, exactitud, precisión, límite de cuantificación e incertidumbre, parámetros que se detallan por método en los protocolos de validación elaborados (sección 4.1).

Detallando igualmente los estándares utilizados y reactivos necesarios por método. Las mediciones se realizaron en un periodo de 6 meses.

4.1 Producto final. Protocolo de validación.

4.1.1 Protocolo de validación para la determinación de turbidez en aguas de consumo humano por método nefelométrico.

Logo del laboratorio		
pág. X de X		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
	Aprobado por:	Versión No:

- OBJETIVO

Establecer los parámetros necesarios para realizar la validación y demostrar de forma objetiva que el método Nefelométrico para la Determinación de Turbidez en agua para consumo es apto para el fin previsto.

- ALCANCE

La validación del método se realizara en Agua de Consumo Humano en un rango de (0.5- 5.0) UNT y agua envasada en un rango de (0.5- 1.0) UNT.

- RESPONSABLES

La validación es responsabilidad de los analistas del área de fisicoquímico con el apoyo del bachiller Fernando Peraza, pasante del Proyecto de Práctica Profesional Supervisada, coordinadora de plataforma de Fisicoquímico, Coordinadora de Calidad, y Jefe de Laboratorio.

- PARAMETROS A ESTUDIAR

Debido a que este es un método normalizado de cuantificación de componentes minoritarios los parámetros a evaluar, según el desempeño del método son:

- Precisión intermedia.
- Repetibilidad.
- Exactitud.
- Estimación de la Incertidumbre del método.

Cuadro I. Resumen de Parámetros a Evaluar en aguas de consumo humano por método nefelométrico

Parámetro	Rango de trabajo
Precisión Intermedia	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) UNT
Repetibilidad	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) UNT
Exactitud	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) UNT
Estimación de la incertidumbre	No Aplica

- MUESTRAS

Las muestras a utilizar en esta validación son:

- Muestras de Agua de Consumo Humano.
- Muestras de Agua Envasada.

- EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA INVOLUCRADOS EN LA VALIDACIÓN

Cuadro II. Equipos/Instrumentos en el método nefelométrico

Equipos/Instrumentos	Marca	Modelo	Código
Turbidímetro. Se encuentra debidamente calibrado y verificado internamente según la Instrucción técnica de Operación y Calibración de Equipos	-	-	-
Micropipeta. Se encuentra debidamente verificado internamente según el Procedimiento para Verificaciones Intermedias y Trazabilidad de Mediciones	-	-	-

Cuadro III. Reactivos y Materiales de Referencia en el método nefelométrico

Reactivos y Materiales de Referencia	Lote	Fecha de vencimiento	Marca
Formazina	-	Septiembre 2023	-

- REFERENCIA DEL MÉTODO ANALÍTICO A VALIDAR
- Instrucción Técnica de Preparación de Reactivos.
- Método de Análisis para la determinación de Turbidez por el Método Nefelométrico (Procedimiento interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología).
- Sistema de gestión de calidad G 9.6 Validación de métodos analíticos fisicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación, El Salvador, 2017.

- PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR

Cuadro IV. Parámetros a evaluar en aguas de consumo humano por método nefelométrico

Parámetros	Determinación	Criterios de aceptación
Precisión Intermedia	Participan dos Analistas, mismo equipo, laboratorio, realizara almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la precisión intermedia no debe ser mayor del 10%.
Repetibilidad	El mismo analista, equipo, laboratorio y el mismo día, realizara almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la repetibilidad no debe ser mayor de 10%
Exactitud	Participará un analista. Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración: (Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) UNT. Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado.	El RSD no debe ser mayor 10 % Se debe de realizar un Contraste t del valor conocido contra una media poblacional para demostrar que no hay diferencia significativa entre el valor caracterizado y el valor obtenido.
Estimación de incertidumbre	Según el Procedimiento General de Estimación de Incertidumbre (Procedimiento interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología).	No Aplica.

- RESPONSABLES DE LA VALIDACIÓN

Analista 1

Analista 2

Revisado Por: _____ Aprobado Por: _____

Coordinadora de Calidad

jefe de Laboratorio

4.1.2 Protocolo de validación para la determinación de sólidos totales disueltos en aguas de consumo humano por método conductimétrico.

Logo del laboratorio		
pág. X de X		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
	Aprobado por:	Versión No:

- OBJETIVO

Establecer los parámetros necesarios para realizar la validación y demostrar de forma objetiva que el método Conductimétrico para la Determinación de Sólidos Totales Disueltos en aguas es apto para el fin previsto.

- ALCANCE

La validación del método se realizara en Agua de Consumo Humano en un rango de (50.0-500.0) mg/L y agua envasada en un rango de (30.0- 300.0) mg/L.

- RESPONSABLES

La validación es responsabilidad de los analistas del área de fisicoquímico con el apoyo del bachiller Fernando Peraza, pasante del Proyecto de Práctica Profesional Supervisada, coordinadora de plataforma de Fisicoquímico, Coordinadora de Calidad, y Jefe de Laboratorio.

- PARAMETROS A ESTUDIAR

Debido a que este es un método normalizado modificado de cuantificación de componentes minoritarios los parámetros a evaluar, según el desempeño del método son:

- Precisión intermedia.
- Repetibilidad.
- Límite de Cuantificación.
- Exactitud.
- Estimación de la Incertidumbre del método.

Cuadro I. Resumen de Parámetros a Evaluar en aguas de consumo humano por método conductimétrico

Parámetro	Rango de trabajo
Precisión Intermedia	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Repetibilidad	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Límite de Cuantificación	Nivel 1 mg/L
Exactitud	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Estimación de la incertidumbre	No aplica

- **MUESTRAS**

Las muestras a utilizar en esta validación son:

- Muestras de Agua de Consumo Humano.
- Muestras de Agua Envasada.

- **EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA INVOLUCRADOS EN LA VALIDACIÓN**

Todos los equipos se encuentran debidamente calibrados, ver certificados de calibración en el Área de Gestión de la Calidad.

Cuadro II. Equipos/Instrumentos en método conductimétrico

Equipos/Instrumentos	Marca	Modelo	Código
Titulador potenciométrico automatizado digital, medidor de conductividad y módulo de bandeja para automuestreador	-	-	-
Balanza analítica	-	-	-
Horno de secado	-	-	-

Cuadro III. Reactivos y Materiales de Referencia en método conductimétrico

Reactivos y Materiales de Referencia	Lote	Fecha de vencimiento	Marca
Cloruro de Sodio ACS	-	05/10/2029	-
Cloruro de Potasio ACS	-	08/2027	-

- REFERENCIA DEL MÉTODO ANALÍTICO A VALIDAR
- Instrucción Técnica de Preparación de Reactivos.
- Método de Análisis para la determinación de Sólidos Totales Disueltos por el Método Conductimétrico (Procedimiento interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología).
- Sistema de gestión de calidad G 9.6 Validación de métodos analíticos fisicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación, El Salvador, 2017.

- PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR

Cuadro IV. Parámetros a evaluar en aguas de consumo humano por método conductimétrico

Parámetros	Determinación	Criterios de aceptación
Precisión Intermedia	Participan dos Analistas, mismo equipo, laboratorio, realizara al menos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la precisión intermedia no debe ser mayor del 10%.
Repetibilidad	El mismo analista, equipo, laboratorio y el mismo día, realizara al menos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la repetibilidad no debe ser mayor de 10%
Límite de Cuantificación	Con la desviación estándar de una serie de 10 repeticiones de un estándar de baja concentración.	LC = 10s
Exactitud	Participará un analista. Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración: (Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L. Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado.	El RSD no debe ser mayor 10 % Se debe de realizar un Contraste t del valor conocido contra una media poblacional para demostrar que no hay diferencia significativa entre el valor caracterizado y el valor obtenido.
Estimación de la incertidumbre	Según Procedimiento interno de Estimación de Incertidumbre.	No Aplica.

- RESPONSABLES DE LA VALIDACIÓN

Analista 1

Analista 2

Revisado Por: _____ Aprobado Por: _____

Coordinadora de Calidad

jefe de Laboratorio

4.1.3 Protocolo de validación para la determinación de dureza total en agua de consumo humano por método electrométrico.

Logo del laboratorio		
pág. X de X		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
	Aprobado por:	Versión No:

- OBJETIVO

Establecer los parámetros necesarios para realizar la validación y demostrar de forma objetiva que el método Electrométrico para la Determinación de Dureza Total en agua de consumo humano es apto para el fin previsto.

- ALCANCE

La validación del método se realizara en Agua de Consumo Humano en un rango de (10 - 250) mg/L.

- RESPONSABLES

La validación es responsabilidad de los analistas del área de fisicoquímico con el apoyo del bachiller Fernando Peraza, pasante del Proyecto de Práctica Profesional Supervisada, coordinadora de plataforma de Fisicoquímico, Coordinadora de Calidad, y Jefe de Laboratorio.

- PARAMETROS A ESTUDIAR

Debido a que este es un método normalizado modificado de cuantificación de componentes minoritario los parámetros a evaluar, según el desempeño del método son:

- Intervalo lineal.
- Intervalo de trabajo.
- Precisión intermedia.
- Repetibilidad.
- Límite de Cuantificación.
- Exactitud.
- Estimación de la Incertidumbre del método.

Cuadro I. Resumen de Parámetros a Evaluar en agua de consumo humano por método electrométrico

Parámetro	Rango de trabajo
Intervalo lineal	(Nivel 1, Nivel 2, Nivel 3, Nivel 4, Nivel 5) mg/L
Intervalo de trabajo	(Nivel 1, Nivel 2, Nivel 3, Nivel 4, Nivel 5) mg/L
Precisión Intermedia	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Repetibilidad	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Límite de Cuantificación	Nivel 1 mg/L
Exactitud	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Estimación de la incertidumbre	No aplica

- **MUESTRAS**

Las muestras a utilizar en esta validación son:

- Muestras de Agua de Consumo Humano.

- **EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA INVOLUCRADOS EN LA VALIDACIÓN**

Todos los equipos se encuentran debidamente calibrados, ver certificados de calibración en el Área de Gestión de la Calidad.

Cuadro II. Equipos/Instrumentos en método electrométrico

Equipos/Instrumentos	Marca	Modelo	Código
Titulador potenciométrico automatizado digital, medidor de conductividad y módulo de bandeja para automuestreador	-	-	-
Balanza analítica	-	-	-
Hot plate de 4 platillos con agitador	-	-	-
Cámara extractora de gases	-	-	-

Cuadro III. Reactivos y Materiales de Referencia en método electrométrico

Reactivos y Materiales de Referencia	Lote	Fecha de vencimiento	Marca
Carbonato de calcio	-	31/12/2024	-
Cloruro de amonio	-	30/11/2023	-
Hidróxido de amonio	-	-	-
Ácido etilendiaminotetraacético	-	10/2023	-
Ácido clorhídrico fumante 37%	-	31/1/2025	-
Rojo de metilo	-	31/7/2023	-

- REFERENCIA DEL MÉTODO ANALÍTICO A VALIDAR
- Instrucción Técnica de Preparación de Reactivos.
- Método de Análisis para la determinación de dureza total por el Método electrométrico (Procedimiento interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología).
- Sistema de gestión de calidad G 9.6 Validación de métodos analíticos fisicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación, El Salvador, 2017.
- PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR

Cuadro IV. Parámetros a evaluar en agua de consumo humano por método electrométrico

Parámetros	Determinación	Criterios de aceptación
Intervalo lineal	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés. Un analista debe preparar 4 veces de la solución de referencia por dilución a partir de una misma solución concentrada.	Graficar la respuesta (eje y) en función de la concentración (eje x). Calcular las estadísticas de regresión apropiadas, calcular y graficar los residuales (diferencia entre el valor observado de “y” y el valor calculado de “y” pronosticado por la línea recta, para cada valor de “x”). <ul style="list-style-type: none"> - Comportamiento lineal en la gráfica de concentración vs respuesta analítica. - Datos aleatorios en el gráfico de residuales. - El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero.
Intervalo de trabajo	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.	Graficar la concentración medida (eje y) en función de la concentración de las muestras de ensayo (eje x).

Cuadro IV. Parámetros a evaluar en agua de consumo humano por método electrométrico.

(Continuación).

		<p>Calcular las estadísticas de regresión apropiadas. Calcular y graficar los residuales (la diferencia entre el valor observado de “y” y el valor calculado de “y” pronosticado por la línea recta, para cada valor de “x”).</p> <ul style="list-style-type: none"> - $r \geq 0.98$ - El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir la unidad. - El RSD del porcentaje de recobro menor 10% <p>El porcentaje de recobro debe ser entre (90 – 110) %</p>
Precisión Intermedia	Participan dos Analistas, mismo equipo, laboratorio, realizara almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la precisión intermedia no debe ser mayor del 10%.
Repetibilidad	El mismo analista, equipo, laboratorio y el mismo día, almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la repetibilidad no debe ser mayor de 10%
Límite de Cuantificación	Con la desviación estándar de una serie de 10 repeticiones de un estándar de baja concentración.	LC = 10s
Exactitud	Participará un analista. Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración: (Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L. Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado.	El RSD no debe ser mayor 10 % Se debe de realizar un Contraste t del valor conocido contra una media poblacional para demostrar que no hay diferencia significativa entre el valor caracterizado y el valor obtenido.
Estimación de la incertidumbre	Según Procedimiento interno de Estimación de Incertidumbre.	No Aplica.

- RESPONSABLES DE LA VALIDACIÓN

Analista 1

Analista 2

Revisado Por: _____ Aprobado Por: _____

Coordinadora de Calidad

jefe de Laboratorio

4.1.4 Protocolo de validación para la determinación de dureza total en agua envasada por método electrométrico.

Logo del laboratorio		
pág. X de X		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
	Aprobado por:	Versión No:

- OBJETIVO

Establecer los parámetros necesarios para realizar la validación y demostrar de forma objetiva que el método Electrométrico para la Determinación de Dureza Total en agua envasada es apto para el fin previsto.

- ALCANCE

La validación del método se realizara en Agua Envasada en un rango de (10 – 150) mg/L.

- RESPONSABLES

La validación es responsabilidad de los analistas del área de fisicoquímico con el apoyo del bachiller Fernando Peraza, pasante del Proyecto de Práctica Profesional Supervisada, coordinadora de plataforma de Fisicoquímico, Coordinadora de Calidad, y Jefe de Laboratorio.

- PARAMETROS A ESTUDIAR

Debido a que este es un método normalizado modificado de cuantificación de componentes minoritario los parámetros a evaluar, según el desempeño del método son:

- Intervalo lineal.
- Intervalo de trabajo.
- Precisión intermedia.
- Repetibilidad.
- Límite de Cuantificación.
- Exactitud.
- Estimación de la Incertidumbre del método.

Cuadro I. Resumen de Parámetros a Evaluar en agua envasada por método electrométrico

Parámetro	Rango de trabajo
Intervalo lineal	(Nivel 1, Nivel 2, Nivel 3, Nivel 4, Nivel 5) mg/L
Intervalo de trabajo	(Nivel 1, Nivel 2, Nivel 3, Nivel 4, Nivel 5) mg/L
Precisión Intermedia	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Repetibilidad	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Límite de Cuantificación	Nivel 1 mg/L
Exactitud	(Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L
Estimación de la incertidumbre	No aplica

- MUESTRAS

Las muestras a utilizar en esta validación son:

- Muestras de Agua Envasada.

- EQUIPOS, REACTIVOS Y MATERIALES DE REFERENCIA INVOLUCRADOS EN LA VALIDACIÓN

Todos los equipos se encuentran debidamente calibrados, ver certificados de calibración en el Área de Gestión de la Calidad.

Cuadro II. Equipos/Instrumentos en método electrométrico

Equipos/Instrumentos	Marca	Modelo	Código
Titulador potenciométrico automatizado digital, medidor de conductividad y módulo de bandeja para automuestreador	-	-	-
Balanza analítica	-	-	-
Hot plate de 4 platillos con agitador	-	-	-
Cámara extractora de gases	-	-	-

Cuadro III. Reactivos y Materiales de Referencia en método electrométrico

Reactivos y Materiales de Referencia	Lote	Fecha de vencimiento	Marca
Carbonato de calcio	-	31/12/2024	-
Cloruro de amonio	-	30/11/2023	-
Hidróxido de amonio	-	-	-
Ácido etilendiaminotetraacético	-	10/2023	-
Ácido clorhídrico fumante 37%	-	31/1/2025	-
Rojo de metilo	-	31/7/2023	-

- REFERENCIA DEL MÉTODO ANALÍTICO A VALIDAR
- Instrucción Técnica de Preparación de Reactivos.
- Método de Análisis para la determinación de dureza total por el Método electrométrico (Procedimiento interno del Laboratorio de Alimentos y Toxicología).
- Sistema de gestión de calidad G 9.6 Validación de métodos analíticos fisicoquímicos, versión 2 del Organismo Salvadoreño de Acreditación, El Salvador, 2017.
- PROCEDIMIENTO PARA LA DETERMINACIÓN DE LOS PARÁMETROS A EVALUAR

Cuadro IV. Parámetros a evaluar en agua envasada por método electrométrico

Parámetros	Determinación	Criterios de aceptación
Intervalo lineal	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés. Un analista debe preparar 4 veces de la solución de referencia por dilución a partir de una misma solución concentrada.	<p>Graficar la respuesta (eje y) en función de la concentración (eje x). Calcular las estadísticas de regresión apropiadas, calcular y graficar los residuales (diferencia entre el valor observado de “y” y el valor calculado de “y” pronosticado por la línea recta, para cada valor de “x”).</p> <ul style="list-style-type: none"> - Comportamiento lineal en la gráfica de concentración vs respuesta analítica. - Datos aleatorios en el gráfico de residuales. - El intervalo de confianza del intercepto debe incluir el cero.
Intervalo de trabajo	Se trabajarán 5 niveles como mínimo por triplicado, distribuidos uniformemente en el rango de interés.	Graficar la concentración medida (eje y) en función de la concentración de las muestras de ensayo (eje x). Calcular las

Cuadro IV. Parámetros a evaluar. (Continuación).

		<p>estadísticas de regresión apropiadas. Calcular y graficar los residuales (la diferencia entre el valor observado de “y” y el valor calculado de “y” pronosticado por la línea recta, para cada valor de “x”).</p> <ul style="list-style-type: none"> - $r \geq 0.98$ - El intervalo de confianza de la pendiente debe incluir la unidad. - El RSD del porcentaje de recobro menor 10% <p>El porcentaje de recobro debe ser entre (90 – 110) %</p>
Precisión Intermedia	Participan dos Analistas, mismo equipo, laboratorio, realizara almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la precisión intermedia no debe ser mayor del 10%.
Repetibilidad	El mismo analista, equipo, laboratorio y el mismo día, almenos 6 repeticiones de un estándar a 3 concentraciones, una baja, una media y una alta.	El RSD de la repetibilidad no debe ser mayor de 10%
Límite de Cuantificación	Con la desviación estándar de una serie de 10 repeticiones de un estándar de baja concentración.	LC = 10s
Exactitud	Participará un analista. Fortificación de Matriz a tres niveles de concentración: (Nivel 1, Nivel 3, Nivel 5) mg/L. Nivel bajo y alto por triplicado. Y nivel medio sextuplicado.	El RSD no debe ser mayor 10 % Se debe de realizar un Contraste t del valor conocido contra una media poblacional para demostrar que no hay diferencia significativa entre el valor caracterizado y el valor obtenido.
Estimación de la incertidumbre	Según Procedimiento interno de Estimación de Incertidumbre.	No Aplica.

- RESPONSABLES DE LA VALIDACIÓN

Analista 1

Analista 2

Revisado Por: _____

Coordinadora de Calidad

Aprobado Por: _____

jefe de Laboratorio

4.2 Producto final. Resumen del Informe de Validación.

A manera de resumen, a continuación se muestran los resultados obtenidos en las validaciones de los métodos evaluados para cada parámetro de desempeño y matriz de agua.

4.2.1 Cuadro Resumen del Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Turbidez en Aguas de Consumo Humano por Nefelometría.

Logo del Laboratorio		
Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Turbidez en Aguas de consumo humano por Nefelometría		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
Revisado por:	Aprobado por:	Versión No:

1. FECHA DE LA VALIDACION

marzo/2023 - septiembre/2023

2. MATRIZ

Agua de Consumo Humano y Agua Envasada

3. ANALITO

Turbidez

4. PARAMETROS DE VALIDACION

- Repetibilidad como CV.
- Precisión intermedia como CV (Diferentes analistas).
- Exactitud.
- Incertidumbre del resultado a reportar.

Tabla N°24. Cuadro resumen del informe de Validación. Turbidez en Agua de consumo humano por Nefelometría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	<= 10 %	2.15	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.30	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.17	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	<= 10 %	0.45	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.13	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.06	Cumple
Analista 2 Nivel 1	<= 10 %	0.60	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.11	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.07	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	<= 30 %	Todos los valores >=LCM tienen Incert <= 30%	Cumple

Tabla N°25. Cuadro resumen del informe de Validación. Turbidez en Agua Envasada por Nefelometría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.1	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	<= 10 %	1.00	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	1.27	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	1.05	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	<= 10 %	0.35	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.37	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.27	Cumple
Analista 2 Nivel 1	<= 10 %	0.37	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.52	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.30	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	<= 30 %	Todos los valores >=LCM tienen Incert <= 30%	Cumple

En los cuadros resumen anteriores se observan los resultados obtenidos para el método nefelométrico en las matrices de agua de consumo humano tomadas en el Laboratorio de Alimentos

y Toxicología. Donde se demuestra que el método cumple con los requisitos de la guía de validación del OSA, y el RTS 13.02.01:14 y NSO 13.07.02:08 para los límites permisibles de turbidez.

En los resultados obtenidos para las mediciones de turbidez en agua de consumo humano, el parámetro de exactitud a las concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en UNT cumple con una variación mínima en la recuperación de cada nivel. Observando en los resultados de precisión intermedia y repetibilidad una dispersión similar en sus resultados de CV %; siendo que a menor concentración hay menor precisión obteniendo valores más altos que a mayor concentración. No se muestra diferencia significativa entre analistas. Cumplen el criterio de aceptación con valores menores a 10 %, por tanto es un método preciso.

Cumpliendo además con la incertidumbre, siendo que todos los valores tienen una incertidumbre menor al límite de 30 %.

Para el caso de las mediciones de turbidez en agua envasada, la distribución en la exactitud a concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en UNT es similar. Siendo que la precisión intermedia se mantiene en un rango de 1.0 a 1.27 %, no se muestra diferencia significativa entre analistas. Y en sus valores de repetibilidad, si bien hay diferencia del nivel 1 al 3, el nivel 2 parece mostrar una variación. Sin embargo el parámetro cumple al igual que la incertidumbre.

4.2.2 Cuadro Resumen del Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Sólidos Totales Disueltos en Aguas de Consumo Humano por Conductimetría.

Logo del Laboratorio		
Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Sólidos Totales Disueltos en Aguas de consumo humano por Conductimetría		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
Revisado por:	Aprobado por:	Versión No:

1. FECHA DE LA VALIDACION

marzo/2023 - septiembre/2023

2. MATRIZ

Agua de Consumo Humano y Agua Envasada

3. ANALITO

Sólidos Totales Disueltos

4. PARAMETROS DE VALIDACION

- Repetibilidad como CV.
- Precisión intermedia como CV (Diferentes analistas).
- Exactitud.
- Límite de cuantificación del método (LC)
- Incertidumbre del resultado a reportar.

Tabla N°26. Cuadro resumen del informe de Validación. Sólidos Totales Disueltos en Agua de consumo humano por Conductimetría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	<= 10 %	0.25	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.16	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.24	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	<= 10 %	0.02	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.05	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.02	Cumple
Analista 2 Nivel 1	<= 10 %	0.04	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.06	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.02	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	<= 30 %	Todos los valores >=LCM tienen Incert. <= 30%	Cumple
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	<= 50 mg/L	11.372 mg/L	Cumple

Tabla N°27. Cuadro resumen del informe de Validación. Sólidos Totales Disueltos en Agua Envasada. por Conductimetría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	<= 10 %	0.35	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.30	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.34	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	<= 10 %	0.04	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.02	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.04	Cumple
Analista 2 Nivel 1	<= 10 %	0.04	Cumple
Nivel 2	<= 10 %	0.05	Cumple
Nivel 3	<= 10 %	0.03	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	<= 30 %	Todos los valores >=LCM tienen Incert <= 30%	Cumple
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	<= 30 mg/L	2.436 mg/L	Cumple

En los cuadros resumen anteriores se observan los resultados obtenidos para el método conductimétrico en las matrices de agua de consumo humano tomadas en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología. Donde se demuestra que el método cumple con los requisitos de la guía de validación del OSA, y el RTS 13.02.01:14 y NSO 13.07.02:08 para los límites permisibles de sólidos totales disueltos.

El método para la determinación de sólidos totales disueltos por conductividad en el agua de consumo humano en el parámetro exactitud realizado a las concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en mg/L; no se observa variación en la recuperación de cada nivel. En el caso de la precisión intermedia evaluada a las mismas concentraciones, los valores de CV % muestran variación en el nivel 2 con respecto a cada analista.

Los resultados para el agua envasada a las concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en mg/L en la exactitud, no muestran variación en la recuperación de cada nivel. Al evaluar la precisión intermedia a las mismas concentraciones no muestra diferencia significativa.

El parámetro de repetibilidad no se observa diferencia significativa entre los resultados obtenidos de CV % por matriz de agua evaluada en cada nivel. Cumple el criterio de aceptación con valores menores a 10 %, por tanto es un método preciso.

El valor mínimo de sólidos totales disueltos según el límite de cuantificación obtenido a las concentraciones de los niveles 1 en mg/L para ambas matrices de agua y que el equipo fijará cuantitativamente será de 11.372 $\mu\text{S}/\text{cm}$ para el agua de consumo humano y 2.436 $\mu\text{S}/\text{cm}$ para la envasada.

4.2.3 Cuadro resumen del informe de Validación del Método Analítico Determinación de Dureza total en Agua de Consumo Humano por Electrometría.

Logo del Laboratorio		
Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Dureza Total en Agua de Consumo Humano por Electrometría		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
Revisado por:	Aprobado por:	Versión No:

1. FECHA DE LA VALIDACION

marzo/2023 - septiembre/2023

2. MATRIZ

Agua de Consumo Humano

3. ANALITO

Dureza Total

4. PARAMETROS DE VALIDACION

- Linealidad
 - Intervalo Lineal (Linealidad del Sistema)
 - Intervalo de trabajo (Linealidad del Método)
- Repetibilidad como CV.
- Precisión intermedia como CV (Diferentes analistas).
- Exactitud.
- Límite de detección (LD).
- Límite de cuantificación del método (LC).
- Incertidumbre del resultado a reportar.

Tabla N°28. Cuadro resumen del informe de Validación. Dureza total en Agua de Consumo Humano por Electrometría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Linealidad			
Intervalo Lineal			
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Intervalo del intercepto	Debe contener el valor cero	Contiene el valor cero	Cumple
Intervalo de Trabajo			
Coefficiente de determinación	≥ 0.98	0.9998	Cumple
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Intervalo de la pendiente	Debe contener el valor uno	Contiene el valor uno	Cumple
Límite inferior del Intervalo	LCM	5.6098 mg/L	
Límite Superior del Intervalo	Concentración a Máxima Conc.	250.1810 mg/L	
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	0.9 0.9	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	0.9 0.9	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	0.9 0.9	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	0.9 0.9	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	$\leq 10\%$	1.01	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.42	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.24	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	$\leq 10\%$	0.36	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.10	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.04	Cumple
Analista 2 Nivel 1	$\leq 10\%$	0.40	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.16	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.10	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	$\leq 30\%$	Todos los valores \geq LCM tienen Incert. $\leq 30\%$	Cumple
Lím. de Detección del Método (LDM)	≤ 3.333 mg/L	1.6829 mg/L	Cumple
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	≤ 10 mg/L	5.6098 mg/L	Cumple

En el cuadro resumen anterior se observan los resultados obtenidos para el método electrométrico en las matrices de agua de consumo humano tomadas en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología. Donde se demuestra que el método cumple con los requisitos de la guía de validación del OSA, y el RTS 13.02.01:14 y NSO 13.07.02:08 para los límites permisibles de dureza total en agua de consumo humano.

Los resultados obtenidos de la linealidad a las concentraciones de los 5 niveles en mg/L muestran una distribución aleatoria en torno al cero en el intervalo lineal, lo que demuestra la linealidad del método en las muestras de agua de consumo humano; además de un R^2 mayor a 0.98 en el intervalo de trabajo y el intervalo de confianza de la pendiente contiene la unidad.

En cuanto a la exactitud, el método proporciona resultados homogéneos a las concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en mg/L, por lo que el parámetro cumple. Al observar los

resultados en la precisión intermedia y repetibilidad se observa un comportamiento similar, teniendo que a menor concentración menor precisión. Sin embargo es una variación pequeña que no afecta en la confianza de los resultados demostrando que el método cumple estos parámetros al tener valores menores al 10 % por tanto es un método preciso.

También se reportaron valores de 1.6829 mg/L en el límite de detección y 5.6098 mg/L en el límite de cuantificación, Entonces se puede estimar que el valor mínimo detectable por el equipo será de 1.6829 mg/L, y el valor mínimo de dureza total que el equipo fijará cuantitativamente será de 5.6098 mg/L.

Cumpliendo además con la incertidumbre, siendo que los valores tienen una incertidumbre menor al límite de 30 %.

4.2.4 Cuadro resumen del informe de Validación del Método Analítico Determinación de Dureza total en Agua Envasada por Electrometría.

Logo del Laboratorio		
Informe de Validación del Método Analítico Determinación de Dureza Total en Agua Envasada por Electrometría		
Código:	Fecha de emisión:	Cambio No:
Revisado por:	Aprobado por:	Versión No:

1. FECHA DE LA VALIDACION

marzo/2023 - septiembre/2023

2. MATRIZ

Agua Envasada

3. ANALITO

Dureza Total

4. PARAMETROS DE VALIDACION

- Linealidad
 - Intervalo Lineal (Linealidad del Sistema)
 - Intervalo de trabajo (Linealidad del Método)
- Repetibilidad como CV.
- Precisión intermedia como CV (Diferentes analistas).
- Exactitud.
- Límite de detección (LD).
- Límite de cuantificación del método (LC)
- Incertidumbre del resultado a reportar.

Tabla N°29. Cuadro resumen del informe de Validación. Dureza total en Agua Envasada por Electrometría.²⁸

PARAMETRO EVALUADO	LIMITE ESTABLECIDO	RESULTADO OBTENIDO	OBSERVACION
Linealidad			
Intervalo Lineal			
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Intervalo del intercepto	Debe contener el valor cero	Contiene el valor cero	Cumple
Intervalo de Trabajo			
Coefficiente de determinación	≥ 0.98	0.9971	Cumple
Residuales	Aleatorios.	Aleatorios.	Cumple
Intervalo de la pendiente	Debe contener el valor uno	Contiene el valor uno	Cumple
Límite inferior del Intervalo	LCM	4.3575 mg/L	
Límite Superior del Intervalo	Concentración a Máxima Conc.	250.1810 mg/L	
Recuperación, Exactitud (tanto por uno)			
Nivel 1 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 1 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 2 Analista 2	0.9 a 1.1	0.9 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 1	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Nivel 3 Analista 2	0.9 a 1.1	1.0 1.0	Cumple
Precisión intermedia como CV			
Nivel 1	$\leq 10\%$	0.65	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.87	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.49	Cumple
Repetibilidad como CV			
Analista 1 Nivel 1	$\leq 10\%$	0.12	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.08	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.08	Cumple
Analista 2 Nivel 1	$\leq 10\%$	0.20	Cumple
Nivel 2	$\leq 10\%$	0.17	Cumple
Nivel 3	$\leq 10\%$	0.07	Cumple
Incertidumbre del resultado a reportar	$\leq 30\%$	Todos los valores \geq LCM tienen Incert. $\leq 30\%$	Cumple
Lím. de Detección del Método (LDM)	≤ 3.333 mg/L	1.3073 mg/L	Cumple
Lím. de Cuantific. del Método (LCM)	≤ 10 mg/L	4.3575 mg/L	Cumple

En el cuadro resumen anterior se observan los resultados obtenidos para el método electrométrico en las matrices de agua de consumo humano tomadas en el Laboratorio de Alimentos y Toxicología. Donde se demuestra que el método cumple con los requisitos de la guía de validación del OSA, y el RTS 13.02.01:14 y NSO 13.07.02:08 para los límites permisibles de dureza total en agua envasada.

Los resultados obtenidos de la linealidad a las mismas concentraciones que en la sección 4.2.3, demuestran que el método cumple con los requisitos de linealidad (los resultados de las curvas de calibración se comparten con las muestras de agua de consumo humano). Con concentraciones en el intervalo de trabajo de los 5 niveles en mg/L.

Al evaluar la exactitud, el método proporciona resultados homogéneos a las concentraciones de los niveles 1, 3 y 5 en mg/L, por lo que el parámetro cumple.

En cuanto a los resultados del parámetro precisión intermedia, los valores de CV cumplen con el criterio al ser menores a 10 %. En la repetibilidad se observa un comportamiento similar de variación con respecto al agua de consumo humano, pero con valores menores posiblemente debido a las bajas concentraciones de iones calcio y magnesio presentes en el agua envasada; el método cumple este parámetro al tener valores menores al 10 % por tanto es un método preciso.

También se reportaron valores de 1.3073 mg/L en el límite de detección y 4.3575 mg/L en el límite de cuantificación, Entonces se puede estimar que el valor mínimo detectable por el equipo será de 1.3073 mg/L, y el valor mínimo de dureza total que el equipo fijará cuantitativamente será de 4.3575 mg/L. Los valores tienen una incertidumbre menor al límite de 30 %.

CAPÍTULO V

5.0 CONCLUSIONES

1. El método nefelométrico clasificado como método normalizado, al evaluar los parámetros establecidos se demuestra que el método es fiable y apto para el uso previsto, y obtener resultados dentro de los propósitos requeridos por el laboratorio. Asegurando así que el laboratorio domina la metodología y la utiliza correctamente.
2. Las variables temperatura y agitación de las muestras de agua, al igual que el tamaño, forma y concentración de las partículas en solución son muy importantes para asegurar una lectura confiable al medir la turbidez, la medición será más segura, precisa y repetible si se presta especial atención las técnicas de medición y a estas variables.
3. Considerando que todos los parámetros validados para los métodos son conformes respecto a los métodos de referencia, equipos y estándares utilizados. Se demuestra que los métodos normalizados modificados conductimétrico y electrométrico del Laboratorio de Alimentos y Toxicología cumplen con los requisitos establecidos para el uso previsto.
4. La elaboración de los protocolos de validación fue de acuerdo a los requisitos del laboratorio, donde se detallan en forma de resumen las partes que estos contiene.
5. Los resultados obtenidos de las muestras de agua de consumo humano y envasada por cada método muestran según las referencias: RTS 13.02.01:14 y NSO 13.07.02:08 para los límites permisibles por parámetro, que los valores colectados durante la validación están debajo de los límites establecidos en las mismas. Evidenciando que los métodos proporcionan resultados confiables.
6. Los métodos evaluados se realizaron con procedimientos analíticos adecuados a los propósitos del laboratorio a partir del Standard Methods for the examination of water and wastewater 24rd Edición, teniendo las modificaciones necesarias los métodos conductimétrico y electrométrico para adaptarse a los recursos del laboratorio, es decir, que son procesos específicos que se desarrollan en trabajos rutinarios de análisis. Siendo que cada uno de los procedimientos consta de un manual de procedimientos interno del LAT.
7. La calibración de los equipos fue necesaria para asegurar la fiabilidad en los resultados al validar los métodos nefelométrico y conductimétrico, y asegurar el cumplimiento de los lineamientos del laboratorio garantizando así la calidad de los análisis realizados y los resultados generados.

CAPÍTULO VI

6.0 RECOMENDACIONES

1. A la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador implementar prácticas o evaluaciones encaminadas a la realización de validaciones de métodos que permitan al estudiante conocer y aplicar sus habilidades en el desarrollo de estas técnicas.
2. Al Laboratorio de Alimentos y Toxicología actualizar los formatos de cálculo de informes de validación en caso de realizar una nueva validación de los parámetros turbidez y sólidos totales disueltos, para facilitar la comprensión y seguimiento de los resultados colectados.
3. Al Laboratorio de Alimentos y Toxicología realizar mantenimientos preventivos a los equipos e instrumentos para asegurar el correcto funcionamiento de los mismos. Y asegurar calibraciones periódicas llevando registro con las verificaciones y lecturas obtenidas.
4. Al Laboratorio de Alimentos y Toxicología hacer los ajustes de pH si fuera necesario en la solución buffer de dureza (cerca a pH 11), para impedir la precipitación del magnesio, permitiendo determinar los puntos de equivalencia y suma de los iones calcio y magnesio.

REFERENCIAS BIBLIOGRAFICAS

1. SEMARNAT [Internet]. AGUA, c2013 [citado 19 de junio de 2023]. Disponible de: https://apps1.semarnat.gob.mx:8443/dgeia/informe_12/pdf/Cap6_agua.pdf
2. Fernández Cirelli A. El agua: un recurso esencial. Química Viva [Internet]. Argentina: Universidad de Buenos Aires, 2012 [citado 19 de junio de 2023]. Disponible de: <https://www.redalyc.org/pdf/863/86325090002.pdf>
3. López Sánchez M, Romano Mendoza E, Triana Méndez J. El Agua [Internet]. España: Universidad de las Palmas de Gran Canaria, 2005 [citado 19 de julio de 2023]. Disponible de: <https://accedacris.ulpgc.es/bitstream/10553/253/1/495.pdf>
4. García M, Darío Sánchez F, Marín R, Guzmán H, Verdugo N, Domínguez E. El Agua [Internet]. Colombia; c2001 [citado 19 de junio de 2023]. Disponible de: <https://repository.agrosavia.co/handle/20.500.12324/18771>
5. Organización Mundial de la Salud. Guías para la calidad del agua de consumo humano [Internet]. 4° ed, Ginebra: OMS; 2011 [citado 20 de junio de 2023]. 636 p. Disponible de: <https://iris.who.int/bitstream/handle/10665/272403/9789243549958-spa.pdf?ua=1>
6. Organismo Salvadoreño de Reglamentación Técnica, El Salvador. Reglamento Técnico Salvadoreño RTS 13.02.01:14 Agua. Agua de consumo humano. Requisito de calidad e inocuidad. [Internet]. El Salvador: OSARTEC, Diario Oficial No. 60, Tomo No. 419. 2018 [citado 20 de junio de 2023]. Disponible de: <https://www.fao.org/faolex/results/details/es/c/LEX-FAOC190977/>
7. Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología. Norma Salvadoreña Obligatoria NSO 13.07.02:08 Agua. Agua envasada. [Internet]. El Salvador: CONACYT. 2008 [citado 20 de junio de 2023]. Disponible de: <https://www.defensoria.gob.sv/images/stories/varios/NORMAS/AGUA/NSO13.07.02.08%20AGUA%20ENVASADA.pdf>
8. Carbajal Azcona A, González Fernández M. CAPÍTULO 3 Propiedades y funciones biológicas del agua [Internet]. Madrid: Departamento de Nutrición, Facultad de Farmacia, Universidad Complutense, c2011 [citado 22 de junio de 2023]. Disponible de: <https://www.ucm.es/data/cont/docs/458-2013-07-24-Carbajal-Gonzalez-2012-ISBN-978-84-00-09572-7.pdf>

9. Macias Loor M. Propiedades fisicoquímicas del agua [Internet]. Ecuador: Universidad de Guayaquil, 2022 [citado 22 de junio de 2023]. Disponible de: <https://filadd.com/doc/tarea-3-propiedades-fisicoquimicas-del-agua-pdf>
10. DGOA. 1 introducción [Internet]. c2005 [citado 23 de junio de 2023]. Disponible de: https://www.snet.gob.sv/Hidrologia/Documentos/aguapotable/II_Marco_Conceptual.pdf
11. Ríos Rodríguez J. Validación de Técnicas Instrumentales Turbiedad Y pH Para El Tratamiento de Agua Potable En La Planta De Tratamiento EMPOCABAL.E.S.P-E.I.C.E. (Santa Rosa de Cabal) [tesis en internet]. Colombia: Universidad Tecnológica de Pereira, 2014 [citado 24 de junio de 2023]. 78p. Disponible de: <https://repositorio.utp.edu.co/items/cd394e1d-113a-4a4a-8e84-f846a99e410a>
12. Félez Santafé M. Situación actual del estado de la depuración biológica. Explicación de los métodos y sus fundamentos [Internet]. 2009 [citado 24 de junio de 2023]. Disponible de: <https://upcommons.upc.edu/handle/2099.1/6263>
13. Autoridad Salvadoreña del Agua. Ley general del recurso hídrico [Internet]. El Salvador: D. O. N° 8 Tomo N° 434, 2022 [citado 27 de junio de 2023]. Disponible de: <https://www.asa.gob.sv/ley-del-agua/>
14. Organización Mundial de la Salud. Water Quality And Health - Review Of Turbidity: Information for regulators and water suppliers [Internet]. OMS, 2017 [citado 1 de julio de 2023]. Disponible de: <https://www.who.int/publications/i/item/WHO-FWC-WSH-17.01>
15. Salazar M. Conductividad Eléctrica aspectos teóricos [Internet]. Academia, c2006 [citado 1 de julio de 2023]. Disponible de: https://www.academia.edu/37545585/CONDUCTIVIDAD_EL%C3%89CTRICA_Aspectos_te%C3%B3ricos
16. McNeil V, Cox M. Relationship between conductivity and analysed composition in a large set of natural surface-water samples, Queensland, Australia. Environmental Geology [Internet]. 2000 [citado 6 de julio de 2023]; 39 (12): 1325-1333. Disponible de: https://www.researchgate.net/publication/225139974_Relationship_between_conducti

vity_and_analysed_composition_in_a_large_set_of_natural_surface-water_samples_Queensland_Australia

17. Báez M. Validación de Métodos de Ensayo Para El Análisis de Parámetros Físico-Químicos En Aguas Limpias Y Residuales En El Laboratorio de Medio Ambiente [tesis en internet]. Ecuador: Sangolquí, Escuela Politécnica Del Ejército, 2009 [citado 12 de julio de 2023]. 150p. Disponible de:
<https://repositorio.espe.edu.ec/xmlui/handle/21000/772>
18. Jácome J. 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 Control Ambiental “CICAM” [tesis en internet]. Ecuador: Universidad Técnica de Ambato, 2014 [citado 12 de julio de 2023]. 278p. Disponible de: <https://repositorio.uta.edu.ec/handle/123456789/8461>
19. Thirumalini¹ S, Joseph K. Correlation between Electrical Conductivity and Total Dissolved Solids in Natural Waters. Malaysian Journal of Science [Internet]. 2009 [citado 3 de agosto de 2023]; 28 (1): 55-61. Disponible de:
DOI:10.22452/mjs.vol28no1.7
20. Rusydi A. Correlation between conductivity and total dissolved solid in various type of water: A review. Earth Environ. Sci. [Internet]. 2018 [citado 3 de agosto de 2023]; 118 (2018): 1-6. Disponible de: doi :10.1088/1755-1315/118/1/012019
21. Cardozo I. Validación de Los Métodos Analíticos Para La Determinación Volumétrica de Dureza Total Y Dureza Cálcica En Agua Potable, Natural Y Residual En El Laboratorio de Aguas de La Universidad de Córdoba. [tesis en internet]. Colombia: Universidad de Córdoba, 2020 [citado 17 de agosto de 2023]. 122p. Disponible de:
<https://repositorio.unicordoba.edu.co/server/api/core/bitstreams/4b31360f-4e55-471e-aa27-5ad8b491dbcd/content>
22. Ramírez M. Estandarización Y Verificación de Los Métodos de Dureza Total y Conductividad En Aguas Tratadas Para El Laboratorio De La Asociación Municipal de Acueductos Comunitarios (AMAC) En El Municipio de Dosquebradas. [tesis en internet]. Colombia: Universidad Tecnológica de Pereira, 2014 [citado 17 de agosto de

- 2023]. 116p. Disponible de: <https://repositorio.utp.edu.co/items/5e7a537c-03d1-4aa8-8ab1-3d54d9ab4292>
23. Hachuat. Turbidity. [Internet]. 2014 [citado 25 de agosto de 2023]. Disponible de: <https://www.hachuat.com/asset-get.download-en.jsa?id=7639984265>
24. Metrohm. Application Bulletin 102/3 e Conductometry. [Internet]. Suiza: Herisau, c2013 [citado 9 de septiembre de 2023]. Disponible de: https://www.metrohm.com/content/dam/metrohm/shared/documents/application-bulletins/AB-102_3.pdf
25. Lipp W, Braun-Howland E, Baxter T. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. 24° ed. American Public Health Association, American Water Works Association, Water Environment Federation; 2022. 1796p.
26. Mejia B, Vásquez C. Aplicacion De Conceptos Basicos de Valoraciones Potenciométricas Utilizando Hoja de Cálculo (EXCEL). [tesis de internet]. El Salvador: Universidad de El Salvador, 2011 [citado 10 de septiembre de 2023]. Disponible de: https://ri.ues.edu.sv/id/eprint/2445/1/Aplicaci%C3%B3n_de_conceptos_b%C3%A1sicos_de_valoraciones_potenciom%C3%A9tricas_utilizando_hoja_de_c%C3%A1lculo_%28excel%29.pdf
27. Organismo Salvadoreño de Acreditación. Sistema de Gestión de Calidad G 9.6 Validación de Métodos Analíticos Fisicoquímicos. [Internet]. OSA: Versión 2, c2017 [citado 23 de mayo de 2023]. Disponible de: <https://www.osa.gob.sv/wp-content/uploads/2015/09/GUIA-VALIDACION-FQ-OSA-V2-vigencia-09-10-17.pdf>
28. Laboratorio de Alimentos y toxicología del Ministerio de Salud. San Salvador, San Salvador. 2023

ANEXOS

ANEXO N°1

**PORTADA DEL REGLAMENTO TÉCNICO SALVADOREÑO (RTS) 13.02.01:14
AGUA. AGUA DE CONSUMO HUMANO. REQUISITOS DE CALIDAD E INOCUIDAD.
VERSIÓN 1**

**REGLAMENTO TÉCNICO
SALVADOREÑO**

RTS 13.02.01:14

Diario Oficial No. 60, Tomo No. 419, de fecha 4 de abril de 2018

**AGUA. AGUA DE CONSUMO HUMANO. REQUISITOS DE CALIDAD E
INOCUIDAD.**

Correspondencia: este reglamento técnico salvadoreño tiene correspondencia parcial con las *Guías para la calidad del agua potable de la Organización Mundial de la Salud*.

ICS 13.060.20

RTS 13.02.01:14

Editada por el Organismo Salvadoreño de Reglamentación Técnica, ubicado en 1ª Calle Poniente, Final 41 Av. Norte, N.º 18 San Salvador, Col. Flor Blanca. San Salvador, El Salvador. Teléfono (503) 2590-5323 y (503) 2590-5335. Sitio web: <http://www.osartec.gob.sv/>

Derechos Reservados

Figura N°2. Reglamento Técnico Salvadoreño de agua de consumo humano, agua potable.⁶

ANEXO N°2

**PORTADA DEL NORMA SALVADOREÑA OBLIGATORIA (NSO) 13.07.02:08
AGUA. AGUA ENVASADA. NSO. VERSIÓN 2**

**NORMA
SALVADOREÑA**

NSO 13.07.02:08



**AGUA
AGUA ENVASADA (PRIMERA ACTUALIZACION).**

CORRESPONDENCIA: Esta norma no tiene correspondencia con ninguna norma internacional.

ICS 13.060.20

Editada por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACYT Col. Médica, Av. Dr. Emilio Alvarez, Pje. Dr. Guillermo Rodríguez P. # 51, San Salvador, El Salvador, Centro América. Teléfonos 2234-8400, 2225-6222: Fax 2226-6255; e-mail:info@ns.conacyt.gob.sv.
<http://www.conacyt.gob.sv>

Derechos reservados

Figura N°3. Norma Salvadoreña Obligatoria de agua envasada.⁷

ANEXO N°3

PORTADA DE LA GUÍA DE VALIDACIÓN DEL OSA GUÍA DE VALIDACIÓN G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FÍSICOQUÍMICOS, VERSIÓN 2 DEL ORGANISMO SALVADOREÑO DE ACREDITACIÓN

**SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD
G 9.6 VALIDACIÓN DE MÉTODOS ANALÍTICOS FÍSICOQUÍMICOS
VERSIÓN 2 APROBADO 2017/05/23**



1. Introducción.

La validación ha sido objeto de atención por ser requerida en Normas sobre Sistemas de Gestión de la Calidad, sobre software y particularmente en la Norma ISO/IEC 17025:2005 sobre requisitos generales para laboratorios de calibración y ensayo.

La aplicabilidad del requisito sobre validación de métodos, particularmente en la Norma ISO/IEC 17025:2005, ha sido frecuentemente materia de controversia dado que cabe la interpretación de que cuando se menciona o se describe un método en una Norma, entonces denominado método normalizado, no es ya necesaria la validación del mismo.

El propósito de este trabajo es discutir el concepto de validación, los elementos que lo constituyen y los procesos para llevarla a cabo, con el objetivo de reducir las controversias respecto a este tema.

Para que un resultado analítico concuerde con el propósito requerido, debe ser lo suficientemente confiable para que cualquier decisión basada en éste pueda tomarse con confianza. Así, el desempeño del método debe validarse y debe estimarse la incertidumbre del resultado a un nivel de confianza dado. La incertidumbre deberá ser evaluada y establecida de una forma que sea ampliamente reconocida, consistente de forma interna y fácil de interpretar. La mayor parte de la información requerida para evaluar la incertidumbre se puede obtener durante la validación del método.

La validación es el proceso establecido para la obtención de pruebas documentadas y demostrativas de que un método de análisis es lo suficiente fiable y reproducible para producir el resultado previsto dentro de intervalos o parámetros definidos y para el propósito requerido.

El siguiente documento ha sido elaborado con el apoyo del Comité Técnico de Validación quienes aportaron sus conocimientos en el tema con la finalidad de homologar y facilitar a los usuarios del servicio de acreditación las herramientas necesarias para dicho proceso.

2. Objetivos

Establecer una guía mínima en la que se incluyen los requisitos, pero no limitados a lo que se indica en ella, para las actividades de validación de métodos de ensayo no normalizados, desarrollados o diseñados por el laboratorio, métodos normalizados empleados fuera del alcance previsto, ampliaciones y modificaciones de los métodos normalizados y para las verificaciones necesarias para confirmar que el laboratorio puede aplicar correctamente los métodos normalizados antes de utilizarlos para los ensayos. Sistematizar los procedimientos para la realización de la validación de los métodos de ensayo. Evitar las discrepancias respecto a cuándo validar y la extensión de la validación según sea el caso.

3. Alcance

Esta guía la deben aplicar los laboratorios de ensayo acreditados por el OSA y los que soliciten la acreditación ante dicho organismo, los evaluadores y expertos técnicos que actúan en los procesos de acreditación, y a todos los métodos de ensayo establecidos dentro del alcance de acreditación.

ANEXO N°4

NOTA DE APLICACIÓN. DUREZA TOTAL

C 2.0.001 - Calcium and magnesium (Ca, Mg and total hardness) in Drinking water and mineral water Recommended accessories • 6.0508.110 or 6.0504.100 Ca ISE with 6.2104.020 electrode cable • 6.0726.107 LL Ag/AgCl reference electrode with 6.2106.020 electrode cable • 6.3032.220 Dosing unit Reagents • Titrant: c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L (Method B 7.0.001). • Auxiliary complexing solution: c(acetylacetone) = 0.1 mol/L plus c(TRIS) = 0.2 mol/L. 20.4 g tris(hydroxymethyl)-aminomethane is weighed out into a 1000 mL volumetric flask and dissolved in approx. 500 mL dist. H₂O. 12 mL acetylacetone is added and the solution is made up to the mark with dist. H₂O and mixed. General Drinking water is the foodstuff par excellence, which is why the methods used for examining it are placed at the start of this collection. Nine titrimetric analyses – Food PAC covers only these – are described in sub Drinking water is the foodstuff par excellence, which is why the methods used for examining it are placed at the start of this collection. Nine titrimetric analyses – Food PAC covers only these – are described in subsections. Of course, these methods can also be used for other types of water. Other determinations that can be carried out in water with Metrohm instruments are: • Bromate, bromide, chloride, fluoride, nitrate, nitrite, phosphate, ammonium, potassium, sodium, strontium, etc. by ion chromatography (IC) • Aluminum, arsenic, lead, cadmium, chromium, iron, copper, manganese, mercury, zinc, etc. by voltamperometry/polarography (VA) • Electrical conductivity (and pH value) Assessment of the analytical results has been deliberately ignored in Food PAC. Please consult the relevant literature for assessment criteria The total hardness is the sum of the hardness formers in a water (Ca, Mg, Ba and Sr ions) in mmol/L. For information purposes, e.g. on washing powder packages, expressions such as «soft», «hard», «°dH», «°fH», etc. still have a certain meaning; see the comparison table below. As Al, Ba, Fe, Mn and Sr ions only occur in drinking water in small amounts (if at all) in drinking and mineral water, the titrimetric determination is limited to calcium and magnesium. Analysis 100 mL water sample is pipetted into the titration beaker. 15 mL auxiliary complexing solution is added and titrated with c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L to after the second endpoint. EP1 corresponds to the Ca content and the difference EP2 – EP1 to the Mg content. 1 mL c(Na₂EDTA) = 0.1 mol/L corresponds to 4.008 mg Ca or 2.431 mg Mg Calculations(The results are given to two decimal places.) mg/L Ca = EP1 x 4.008 x 1000 x TITER / Sample size mg/L Mg = (EP2 – EP1) x 2.431 x 1000 x TITER / Sample size Total hardness, mmol/L = EP2 x CONC x 1000 x TITER / Sample size EP1 = mL Na₂EDTA up to first endpoint EP2 = mL Na₂EDTA up to second endpoint Sample size = sample volume in mL (100) CONC = 0.1 (concentration Na₂EDTA in mol/L) TITER = titer of Na₂EDTA solution (Method B 7.0.001) Remarks The following table provides information about the different «degrees of hardness»: mmol/L CaCO₃--mg/L CaCO₃-----°fH-----°dH-----°USH-----«Hardness» 0...0.7-----0...70-----0...7-----0...3.92-----0...3.77-----very soft 0.7...1.5-----70...150----->7...15--->3.92...8.4----->3.77...8.07-----soft 1.5...2.5-----150...250----->15...25--->8.4...14.0----->8.07...9.50-----slightly hard 2.5...3.2-----250...320----->25...32--->14.0...17.92--->9.50...17.22---moderately hard 3.2...4.2-----320...420----->32...42--->17.92...23.52--->17.22...22.60-----hard >4.2----->420----->42----->23.52----->22.60-----very hard Conversion factors: mmol/L x 100 = mg/L CaCO₃ mmol/L x 10 = °fH (French degrees of hardness) mmol/L x 5.6 = °dH (German degrees of hardness) mmol/L x 5.38 = °USH (US degrees of hardness)

Figura N°5. Nota de aplicación al método electrométrico para cuantificación de dureza total. ^{LAT}

ANEXO N°5
EJEMPLO DE GRÁFICOS. CURVAS DE CALIBRACIÓN.

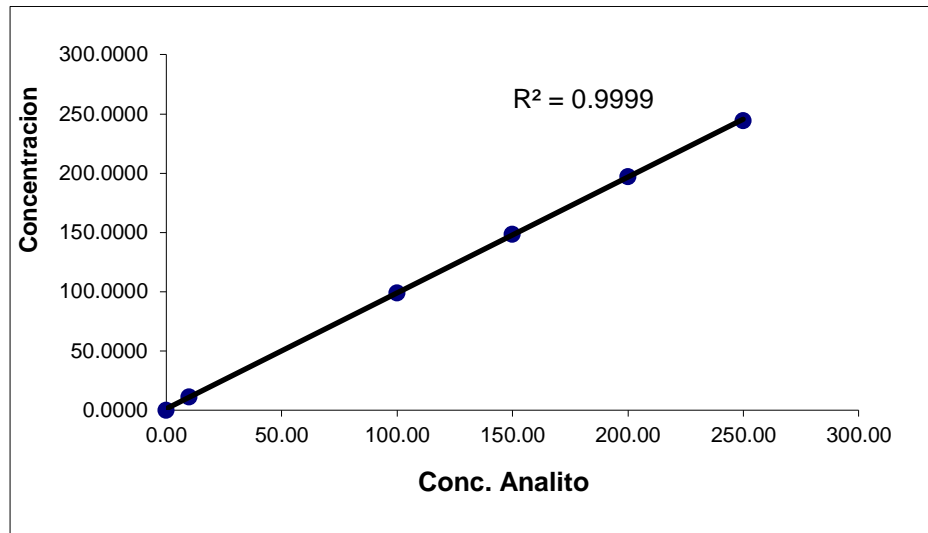


Figura N°6. Curva de calibración 1. Cuantificación de dureza total.

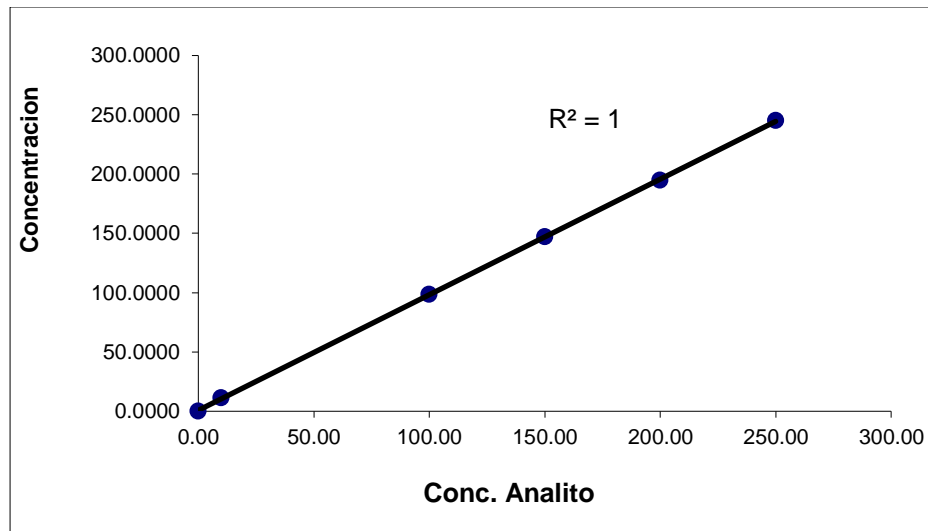


Figura N°7. Curva de calibración 2. Cuantificación de dureza total.

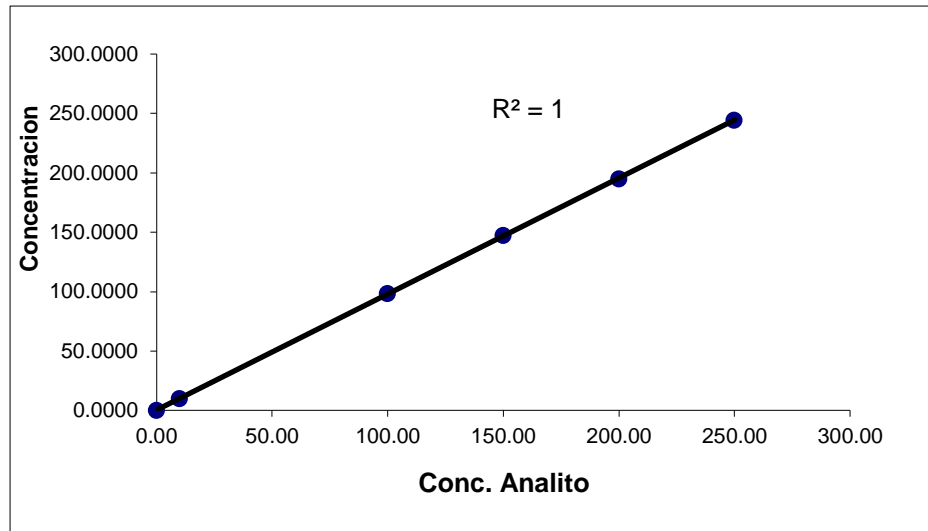


Figura N°8. Curva de calibración 3. Cuantificación de dureza total.

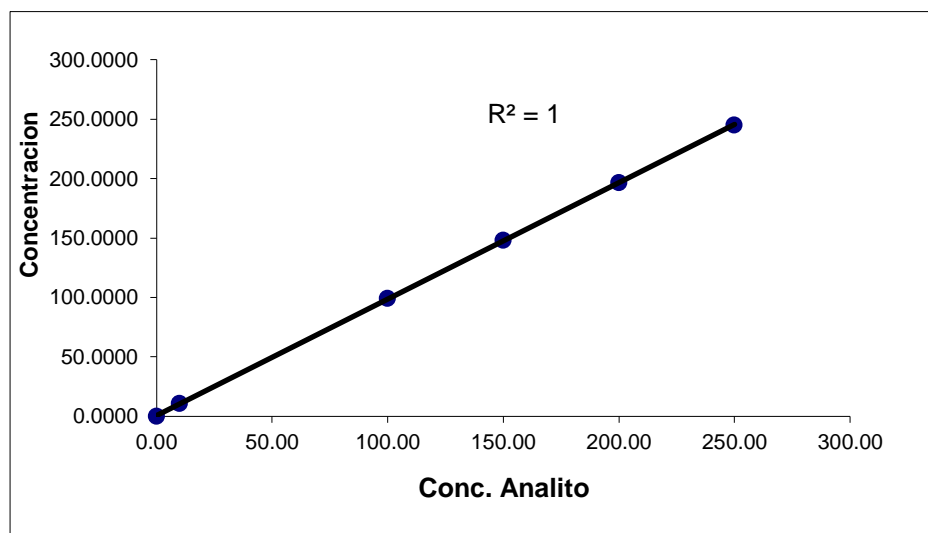


Figura N°9. Curva de calibración 4. Cuantificación de dureza total.