

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR
FACULTAD DE QUIMICA Y FARMACIA



**“MANUALES DE CALIDAD FÍSICO – QUÍMICOS PARA SER
UTILIZADOS EN EL LABORATORIO DE AGUAS, DE LA FACULTAD
DE QUÍMICA Y FARMACIA, UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR.”**

Trabajo de Graduación Presentado Por

**SANDRA DELIA ALVARADO ARTIAGA
REYNA CLEOTILDE RUÍZ**

Para Optar al Grado de

LICENCIADA EN QUIMICA Y FARMACIA

DICIEMBRE, 1999

SAN SALVADOR,

EL SALVADOR,

CENTROAMERICA

T-UES
1601
A483m

Ej.2

UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR

**DR. JOSÉ BENJAMIN LÓPEZ GUILLEN
RECTOR**

**LIC. ENNIO ARTURO LUNA
SECRETARIO GENERAL**

FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA

**DRA. KENNY LUZ DE MARÍA SOSA
DECANO**

**LIC. MARÍA ISABEL RAMOS DE RODAS
SECRETARIO**

ASESOR

DRA. GLORIA RUTH CALDERÓN

JURADO CALIFICADOR

LIC. NANCY ZULEYMA GONZÁLEZ SOSA

LIC. MARÍA CONCEPCIÓN ODETTE RAUDA ACEVEDO

LIC. DINORAH DEL CARMEN RODRÍGUEZ DE LAINEZ

AGRADECIMIENTOS

A

Dra Gloria Ruth Calderón

Que nos brindó su ayuda incondicional, compartiéndonos sus conocimientos, paciencia, apoyo y su valioso tiempo durante la realización de este trabajo

Licda Nancy Sosa

Por brindarnos sus conocimientos y colaboración desinteresada en la culminación de este trabajo

Licda Odette Rauda

Por contribuir desinteresadamente, proporcionándonos sus conocimientos, colaboración y tiempo, en la realización de este trabajo

Licda Dinorah de Laínez

Por proporcionarnos sus conocimientos, su colaboración y tiempo desinteresadamente en la realización de este trabajo

Organización Panamericana de la Salud

Por haber confiado en nosotros para la realización de este trabajo, brindándonos el aporte financiero y apoyo bibliográfico

Sandra y Reyna

DEDICATORIA

A

Dra Gloria Ruth Calderón

Que nos brindo su ayuda incondicional, compartiéndonos sus conocimientos, paciencia, apoyo bibliográfico y su valioso tiempo durante la realización de este trabajo

Licda Nancy Sosa

Por brindarnos sus conocimientos y colaboración desinteresada en la culminación de este trabajo

Licda Odette Rauda

Por contribuir desinteresadamente, proporcionándonos sus conocimientos, colaboración y tiempo, en la realización de este trabajo

Licda Dinorah de Laínez

Por proporcionarnos sus conocimientos, su colaboración y tiempo desinteresadamente en la realización de este trabajo

Organización Panamericana de la Salud

Por haber confiado en nosotros para la realización de este trabajo, brindándonos el soporte financiero y apoyo bibliográfico

DEDICATORIA

DEDICO EL PRESENTE TRABAJO DE GRADUACION

A DIOS TODOPODEROSO, PORQUE SIN EL NADA ES POSIBLE, POR PERMITIRME CONCLUIR MI CARRERA CON ÉXITO

A MIS QUERIDOS PADRES, JOSE DAVID ALVARADO Y MARIA DELIA DE ALVARADO POR SU APOYO INCONDICIONAL Y SUS SACRIFICIOS PARA QUE YO FINALIZARA MIS ESTUDIOS

A MIS HERMANOS, ALEXANDER ALVARADO Y MARIO LOPEZ POR TODO SU APOYO Y CONFIANZA

A MI ESOSO, SALVADOR RUIZ POR LA COMPRESION EN LOS MOMENTOS DIFICILES Y BRINDARME SU ALIENTO PARA SEGUIR ADELANTE

A MI DEMAS FAMILIA, POR SU PREOCUPACION Y CONSTANTE ORACION

A MI ASESOR, DRA GLORIA RUTH CALDERON POR SU COLABORACION INCONDICIONAL Y ENSEÑARME TODO LO NECESARIO PARA FINALIZAR MI CARRERA

A MIS PROFESORES POR SUS ENSEÑANZAS Y CONSEJOS, GRACIAS POR PREPARARME EN MI FORMACION PROFESIONAL

SANDRA ALVARADO

DEDICATORIA

DOY GRACIAS A DIOS TODOPODEROSO Y A SU HIJO JESUCRISTO, POR HABERME DADO LA SABIDURIA E INTELIGENCIA NECESARIA PARA TERMINAR MI CARRERA CON ÉXITO

A MI MADRE , AMANDA RUIZ VALLADARES QUE TUVE AL INICIO DE LA CARRERA (Q D D G)

A MI ESPOSO, MANUEL ENRIQUE MENDEZ P QUE ME APOYO TODO EL TIEMPO

A MI HIJO GEOVANI EDGARDO MENDEZ RUIZ POR LOS INCONVENIENTES QUE TUVO QUE PASAR

A MI ASESOR DRA GLORIA RUTH CALDERON POR SU VALIOSA COLABORACION, COMPRESION Y AYUDA

REYNA RUIZ

INDICE

| | PAG. |
|--|------------|
| INTRODUCCION | i |
| OBJETIVOS | ii |
| TERMINOS DE REFERENCIA DEL TRABAJO | iii |
| PARTE I | |
| 1 FUNDAMENTOS TEORICOS | 5 |
| 1 1 REFERENCIAS SOBRE LA SITUACION DE LABORATORIOS QUE REALIZAN LOS ANALISIS DE AGUA EN EL SALVADOR | 5 |
| 1.1.1 INVENTARIO DE LABORATORIOS QUE REALIZAN ANALISIS DE CALIDAD DE AGUA | 5 |
| 1.1.2 SECTOR GUBERNAMENTAL | 5 |
| 1.1.2.1 LABORATORIO CENTRAL | 5 |
| 1.1.2.2 MINISTERIO DE OBRAS PUBLICAS | 6 |
| 1.1.2.3 MINISTERIO DEL MEDIO AMBIENTE Y RECURSOS NATURALES | 6 |
| 1.1.2.4 MINISTERIO DE AGRICULTURA Y GANADERIA | 6 |

| | |
|--|-----------|
| 1.1.2.4.1 LABORATORIO CENTRAL DE PATOLOGIA, SUBDIRECCION TECNICA DE SANIDAD ANIMAL | 6 |
| 1.1.2.4.2 LABORATORIO DEL DEPARTAMENTO DE QUÍMICA Y TECNOLOGIA DE ALIMENTOS. CENTRO TECNOLOGICA AGROPECUARIA Y FORESTAL (CENTA) | 7 |
| 1.1.3 SECTOR UNIVERSITARIO | 7 |
| 1.1 3.1 UNIVERSIDAD CATOLICA DE OCCIDENTE (UNICO) | 7 |
| 1.1.3.2 UNIVERSIDAD TECNICA LATINOAMERICANA (UTLA) | 7 |
| 1.1.3 3 UNIVERSIDAD DE EL SALVADOR, FACULTAD DE QUÍMICA Y FARMACIA | 7 |
| 1 1.4 INSTITUCIONES AUTONOMAS | 8 |
| 1.1.4.1 COMISIÓN HIDROELECTRICA DEL RIO LEMPA (CEL) | 8 |
| 1.2 IMPORTANCIA DE ACREDITAMIENTO Y CERTIFICACION DE LABORATORIO DE CALIDAD DE AGUA | 8 |
| 1.2.1 ACREDITACION | 8 |
| 1.2.2 PROCESO DE ACREDITACIÓN | 12 |
| 1.2.3 SOLICITUD | 12 |
| 1.2.4 PUBLICIDAD | 14 |
| 1.3 ASPECTOS NORMATIVOS SOBRE ACREDITACIÓN DE LABORATORIO | 14 |

| | |
|---|-----------|
| 1.4 PRINCIPIOS DE BUENAS PRÁCTICAS DE MANUFACTURA | 20 |
| 1.5 ASPECTOS GENERALES SOBRE ELABORACION DE MANUALES DE CALIDAD | 34 |
| | |
| PARTE II | |
| 2 METODOLOGIA | 39 |
| 2.1 SELECCIÓN DE PARAMETROS QUIMICOS A SER SOMETIDOS PARA ACREDITAMIENTO | 39 |
| 2.1.1 CARACTERÍSTICAS DE LOS PARAMETROS SELECCIONADOS | 39 |
| 2.1.1.1 CARACTERÍSTICAS FÍSICAS | 39 |
| 2.1.1.2 CARACTERÍSTICAS QUÍMICAS | 39 |
| 2.1.2 REFERENCIAS DE LOS PARAMETROS SELECCIONADOS | 40 |
| 2.1.2.1 pH | 40 |
| 2.1.2.2 SOLIDOS TOTALES | 40 |
| 2.1.2.3 SOLIDOS DISUELTOS | 41 |
| 2.1.2.4 SOLIDOS VOLÁTILES | 41 |
| 2.1.2.5 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (D.Q.O) | 41 |
| 2.1.2.6 OXÍGENO DISUELTO (O.D.) | 41 |
| 2.1.2.7 DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (D.B.O) | 42 |

| | |
|--|------------|
| 2.2. REVISIÓN DE BIBLIOGRAFÍA INTERNACIONAL CERTIFICADA | |
| EN RELACIÓN A LA METODOLOGÍA ANÁLITICA DE LOS | |
| PARAMETROS SELECCIONADOS | 43 |
| 2.2.1 METODOLOGÍA ANÁLITICA | 44 |
| 2.2 1.1 DETERMINACIÓN DE pH | 44 |
| 2.2.1.2 DETERMINACIÓN DE SOLIDOS | 49 |
| 2.2 1.2.1 SOLIDOS TOTALES | 51 |
| 2.2.1.2.2 SOLIDOS DISUELTOS | 54 |
| 2.2.1.2.3 SOLIDOS VOLÁTILES | 57 |
| 2.2.1.3 DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (D.B.O) | 60 |
| 2.2.1.4 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (D.Q.O) | 85 |
| 2.2 1.5 OXÍGENO DISUELTO (O.D.) | 102 |
| | |
| PARTE III | |
| 3 ELABORACION DE MANUALES | |
| 3.1 MANUAL DE CONTROL DE CALIDAD ANÁLITICA | 121 |
| 3.2 MANUAL DE PROCEDIMIENTOS SIMPLIFICADOS DE ANÁLISIS | |
| QUÍMICO DE AGUAS RESIDUALES | 122 |
| 3.3 MANUAL DE CALIBRACIÓN, CONTROL, MANTENIMIENTO Y | |
| BUEN USO DE EQUIPOS DE LABORATORIOS | 123 |
| 3.4 MANUAL DE SEGURIDAD EN EL LABORATORIO | 124 |

PARTE IV

| | |
|---------------------|------------|
| CONCLUSIONES | 126 |
|---------------------|------------|

PARTE V

| | |
|------------------------|------------|
| RECOMENDACIONES | 128 |
|------------------------|------------|

PARTE VI

| | |
|----------------|------------|
| RESUMEN | 130 |
|----------------|------------|

| | |
|---------------------|------------|
| BIBLIOGRAFIA | 132 |
|---------------------|------------|

ANEXOS

GLOSARIO

INTRODUCCIÓN

El agua como fuente fundamental de la vida se encuentra en diferentes preparados tanto alimenticios como medicinales, pero la gran deforestación, urbanización e industrialización que sufren los pueblos han afectado notablemente su disponibilidad, calidad y pureza. Es por ello que se vuelve necesario cada día más contar con laboratorios debidamente especializados y acreditados para garantizar la calidad y pureza de esta, basados en las especificaciones de la norma ISO – 9000 las cuales dictan una serie de normas para desarrollar, implementar y mejorar el sistema de calidad que se fundamentan en sistemas documentados que permiten verificar los procesos de producción o servicios, controlando así sus métodos de análisis o fabricación.

En general la calidad del agua se evalúa mediante análisis, cuyas técnicas y procedimientos han sido examinados y desarrollados cuidadosamente, teniendo los niveles de sensibilidad requeridos, para garantizar que los resultados de estas determinaciones sean exactos y reproducibles.

Por esta razón en el presente trabajo, se presentan los manuales de calidad que comprenden los requerimientos básicos de un laboratorio de aguas, incluyendo metodología, equipo y políticas a seguir.

OBJETIVOS

1. OBJETIVO GENERAL

Recopilar información para elaborar manuales de calidad sobre funcionamiento del laboratorio de aguas de acuerdo a las normas ISO – 9000 Standard Official International (Normas Oficiales Internacionales)

2. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- 2.1 Realizar un diagnóstico sobre aspectos que involucran análisis físico – químicos de aguas en las diferentes instituciones que las realizan
- 2.2 Ordenar información de las políticas y los objetivos de calidad de los laboratorios de aguas para elaborar manuales de calidad físico – químicos y optimizar su funcionamiento
- 2.3 Comparar las metodologías de análisis físico – químicos para determinación de pH, sólidos totales, sólidos disueltos, sólidos volátiles, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), Demanda Química de Oxígeno (DQO), y Oxígeno Disuelto (OD)
- 2.4 Seleccionar las metodologías de análisis físico – químicos que se utilizarán en la elaboración del manual
- 2.5 Revisar métodos de calibración, control, mantenimiento y buen uso del equipo utilizado para dichas determinaciones
- 2.6 Proporcionar los reglamentos respectivos sobre seguridad en el laboratorio
- 2.7 Proporcionar la información necesaria referente a los trámites de certificación ante los organismos o instituciones correspondientes

TERMINOS DE REFERENCIA DEL TRABAJO

Las actividades desarrolladas consistieron

A- Recolección y análisis de la información:

- 1- Referencias sobre la situación de laboratorios que realizan los análisis de aguas en El Salvador
- 2- Importancia del acreditamiento y certificación de laboratorios de calidad de agua.
- 3- Aspectos normativos sobre acreditación de laboratorios
- 4- Principios de buenas prácticas de laboratorio
- 5- Aspectos generales sobre elaboración de manuales de la calidad

Esta información fue obtenida a través de visitas realizadas a instituciones, bibliotecas y organizaciones como Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador, biblioteca del CONACYT, biblioteca de la Facultad de Ingeniería y Arquitectura de la Universidad de El Salvador, Organización Panamericana de la Salud – Organización Mundial de la Salud (OPS/OMS), haciendo referencia a lo especificado según normas ISO-9000, posteriormente se procedió a resumir y ordenar la información recopilada según el tipo de manual a elaborar especificados en los objetivos

B – Para el logro de los objetivos propuestos, se realizó lo siguiente:

- 1- Selección de parámetros químicos a ser sometidos a acreditamiento
- 2- Revisión de bibliografía internacional certificada y selección de la metodología apropiada

Se llevo a cabo una revisión de bibliografía referente a las determinaciones de pH, sólidos totales, sólidos disueltos, sólidos volátiles, Oxígeno Disuelto (OD), Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) y Demanda Química de Oxígeno (DQO), comparando las metodologías según procedimiento, reactivos y equipos, en los libros oficiales de APHA, AOAC, Manual Merck y Manuales del CEPIS

C – Elaboración de manuales

Para la elaboración de los manuales, se tomarón en cuenta los fundamentos teóricos relacionados con la elaboración de manuales de calidad físico – químicos y se ordeno la información, dividiéndose en 4 tipos de manuales

- 1- Manual de control de calidad analítica
- 2- Manual de procedimientos simplificados de análisis químicos de aguas residuales
- 3- Manual de calibración, control, mantenimiento y buen uso de equipos de laboratorio
- 4- Manual de seguridad en el laboratorio

Cada manual contiene lo siguiente

- a- Índice
- b- Introducción .
- c- Desarrollo del manual según su titulo
- d- Anexos relacionados al tema

PARTE I

1. FUNDAMENTO TEORICO

1.1 REFERENCIAS SOBRE LA SITUACION DE LABORATORIOS QUE REALIZAN ANÁLISIS DE AGUA EN EL SALVADOR .

Los resultados de análisis de un laboratorio están sujetos no solo a la toma de muestras, sino también a las instalaciones físicas del lugar de trabajo, por lo que debe considerarse además del análisis propiamente dicho el espacio físico especificado, equipos, reactivos y personal calificado (3)

En el país si bien existen instituciones tanto gubernamentales como privados que se dedican a realizar diversos análisis de aguas, tanto de tipo residuales como potables. Muchas veces los resultados que estos proporcionan son un poco dudosos por las condiciones en sí del laboratorio que poseen deficiencias en los aspectos antes mencionados (3)

1.1.1 Inventario de laboratorios que realizan analisis de calidad de agua

Entre los laboratorios que realizan análisis de calidad de agua se cuenta con el sector gubernamental, sector universitario e instituciones autónomas

1.1.2 Sector Gubernamental

Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social, Laboratorio Central (sección Bromatología)

1.1.2.1 Laboratorio Central

El Ministerio de Salud Pública y Asistencia Social, posee un Laboratorio oficial de análisis de agua, realizándose estos análisis en la sección de Bromatología

El Laboratorio de Bromatología cuenta con la infraestructura idónea para la realización de los diversos tipos de análisis, pero tiene deficiencias en cuanto a dotación de equipos y materiales, sin embargo, actualmente se están haciendo gestiones con organismos Suizo para la adquisición de los requerimientos básicos

Los análisis que realizan no son exclusivamente de aguas si no también efectúan análisis para el registro de alimentos, formulas de alimentos de hospitales y está ligada al área de laboratorio clínico. Las muestras de agua provienen de las diversas regiones del país que son tomadas por los inspectores de salud siéndo transportadas al laboratorio en un tiempo de 3 a 6 horas sin refrigeración y usando tiosulfito de sodio como preservante

La metodología de análisis es especificada por la APHA (American Public Health Association), y AOAC (Official Methods of Analysis)

Los resultados son interpretados, dandose las recomendaciones respectivas y los resultados son desechados cada 3 meses del laboratorio

El personal a cargo de los análisis de agua son dos profesionales químicos farmacéuticos

1.1.2.2 Ministerio de Obras Públicas

Departamento de control sanitario de la Administración Nacional de Acueductos y Alcantarillados (ANDA)

Realiza análisis de agua potable y aguas residuales El muestreo lo realizan inspectores de control sanitario, evacuación y unidad especificada de agua (UEDA)

Cuenta con una red de monitores principalmente para el análisis de cloro residual, bacteriológico y físico – químico

Posee información computarizada sobre la calidad del agua desde el punto de vista físico, biológico y químico

Las normas utilizadas son de la OMS y la realización de los análisis esta a cargo de 6 profesionales (5 químicos, 1 ecotecnólogo) y 2 técnicos

1.1.2.3 Ministerio del Medio Ambiente y Recursos Naturales

1.1.2.3.1 Laboratorio del Medio Ambiente

Su actividad principal es la evaluación física – química de los recursos agua – suelo La metodología utilizada es la de APHA y ASTM La información no es muy accesible, y es utilizada para las diversas investigaciones de los recursos naturales que se estudian

A pesar de que sus instalaciones son amplias, su disposición y organización interna no llenan los requerimientos necesarios

Carece de equipos y personal debidamente calificado No realiza análisis bacteriológicos, pero realiza aproximadamente 950 muestras fisico-químicas cuenta con un técnico químico industrial

1.1.2.4 Ministerio de Agricultura y Ganadería

1.1.2.4.1 Laboratorio central de patología. Subdirección técnica de sanidad animal

Solamente realizan análisis bacteriológico, y las muestras son tomadas por inspectores de sanidad animal o por las personas interesadas, no utilizan preservantes, aunque las muestras se transportan en refrigeración

El personal a cargo son estudiantes de 3 y 4 año de biología y laboratorio clínico El equipo de computación hace que la información sea accesible y puede intercambiarse con otros laboratorios

Posee equipo moderno (espectrofotometro de absorción atómica, cromatografo de alta eficiencia de gas y líquido), pero carece de personal capacitado para el manejo del mismo Tiene amplias instalaciones, aunque no están debidamente habilitadas, ejemplo agua, gas, lavaderos para cristalería.

1.1.2 4 2 Laboratorio del departamento de química y tecnología de alimentos. Centro tecnológico agropecuario y forestal (CENTA)

El departamento de química y tecnología de alimentos a través de sus laboratorios de química agrícola, residuos tóxicos y alimentos tienen a su cargo en el área de aguas, la realización de pruebas físico-químicas, residuos de plaguicidas y bacteriológico

Los profesionales encargados son 3 químicos farmacéuticos, uno por cada especialidad

Sus instalaciones son subutilizadas, a pesar de que el departamento no solo se dedica al análisis de agua sino también a otras actividades relacionadas con el campo agropecuario

El equipo utilizado es convencional y sofisticado para análisis modernos (espectrofotometro de absorción atómica, un cromatografo de gas, encontrándose actualmente sin el mantenimiento adecuado)

Su diseño cuenta con todas las facilidades que debe tener un laboratorio de análisis, pruebas y ensayos que funcionan con suficiente luz y ventilación Pero tiene un escaso número de profesionales La metodología analítica utilizada es la especificada por la APHA, AOAC, EPA, BAL, ASTM

En general puede decirse que su infraestructura física está subutilizada, no así el laboratorio central de patología que cuenta con apoyo financiero e institucional

1.1.3 Sector universitario

En el sector universitario los laboratorios que tienen los recursos mínimos necesarios para el control de calidad del agua desde el punto de vista físico-químico y bacteriológico es el de la Facultad de Ciencias Agronómicas de la UNICO (localizado en Santa Ana) y en segundo lugar el de la Facultad de Química y Farmacia de la Universidad de El Salvador

1.1.3.1 Universidad Católica de Occidente (UNICO)

Las muestras que recibe este laboratorio provienen de cooperativas del sector reformado, proyectos de inversión del fondo de inversión salvadoreño (FIS) y personas particulares Cuenta con un técnico de agronomía

1.1 3.2 Universidad Técnica Latinoamericana (UTLA)

Su laboratorio ha sido financiado por el Fondo de Inversión para las Américas (FIAES), realiza análisis físico-químico de agua potable y residual

1.1.3.3 Universidad de El Salvador, Facultada de Química y Farmacia

Su implementación ha estado a cargo de Donaciones Provenientes de Fundaciones suizas El Centro para la Defensa del Consumidor y la Organización Panamericana de la Salud

Constan de los requerimientos básicos necesarios para determinaciones físico-químicas Su trabajo no solo es de ayuda comunitaria sino también a la empresa privada, realiza un total de 42 diferentes determinaciones utilizando equipos de campo y convencional de

laboratorio Además realiza análisis microbiológico utilizando la técnica de filtración por membrana

1.1.4 Instituciones autónomas

1.1.4.1 Comisión Hidroeléctrica del río Lempa (CEL)

Los análisis realizados, son de tipo geoquímico y proviene de aguas de pozo y vertientes aledañas a la planta geotérmica, se realizan determinaciones químicas en especial algunos metales pesados

Los métodos de análisis son de absorción atómica, y en caso de análisis bacteriológico solo determinan coliformes totales utilizando filtros millipore La infraestructura física es adecuada, anteriormente contaba con 3 profesionales graduados como Químicos Farmacéuticos

En general se puede decir con este diagnóstico que a pesar que existen algunos laboratorios que verifican control de la calidad del agua este sólo es parte de otras actividades

Los parámetros que más influyen en lo referente a los laboratorios de tipo estatal calificado, son debido a la insuficiencia de recursos financieros y falta de infraestructura física adecuada

El resto de laboratorios, exceptuando ANDA realiza análisis relativamente completos, (rutinariamente bacteriológico y físico - químico) lo hacen específico y de acuerdo a sus necesidades

1.2 IMPORTANCIA DEL ACREDITAMIENTO Y CERTIFICACIÓN DE LABORATORIOS DE CALIDAD DE AGUA

1.2.1 Acreditación

La acreditación proporciona un mecanismo para promover la confianza en los resultados obtenidos por los laboratorios de análisis o de calibración, así como en su capacidad de que pueden funcionar de conformidad con los requerimientos establecidos para el efecto, y de esta forma la aceptación dentro y fuera del país de los resultados permitan el intercambio de bienes y servicios de modo más fluido (14)

Los casos de discrepancia que se dan cuando entidades independientes han cuestionado la calidad de algunos productos como el agua potable, aguas envasadas, leches pasteurizadas y algunos productos lácteos, basándose en resultados de análisis obtenidos por métodos no coincidentes con los métodos que utilizan las empresas Es por ello que se hace necesario la acreditación de laboratorios, para que todos los interesados utilicen un mismo patrón de referencia (la misma norma) y los correspondientes métodos normalizados de muestreo, ensayo y análisis de tal manera que los resultados obtenidos por los laboratorios privados e independientes puedan ser comparables así como los dictámenes y juicios que se emitan estén respaldados técnicamente (14)

1.2.1.1 Certificación de sistemas de calidad

Certificación de sistemas de calidad es un esquema mediante el cual un organismo independiente certifica que el sistema de calidad cumple con una norma o con las especificaciones técnicas del usuario

a) Bases del esquema de certificación para sistemas de calidad

El sistema de certificación por terceros es operado en El Salvador, por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), según lo estipula el instrumento legal respectivo (Decreto No 287 de La Asamblea Legislativa de la República de El Salvador, basado en la constitución de la República Art 53), bajo este esquema los laboratorios podrán adoptar el esquema de certificación que mejor se adapte a sus necesidades particulares, según el tipo, rango y volumen del trabajo realizado

b) Elementos principales de un esquema de certificación

El laboratorio de ensayo y análisis debe tener instrucciones documentadas adecuadamente sobre el uso y operación de todos los equipos disponibles Sobre la manipulación y preparación de los elementos y sobre las técnicas de ensayo y análisis normales, cuando la ausencia de dichas instrucciones pueda comprometer la eficacia del proceso de los mismos Todos los documentos antes mencionados deberán ser previamente actualizados y de fácil acceso al personal (9)

Evaluación inicial del sistema de calidad del laboratorio

Auditoria técnica del sistema de calidad, equipos de prueba y programa de calibración, a intervalos regulares

Auditoria de calidad en base a la opinión de los consumidores

c) Operaciones del esquema

En general, la certificación actualmente es voluntaria no así en el caso de las compras estatales donde se requiere garantías de calidad de los productos suministrados o cuando la seguridad de la población está en juego ejemplo calidad del agua Al ser concedida la autorización, el CONACYT tomará las medidas necesarias para asegurar que el sistema de calidad esté de acuerdo a las normas respectivas

Estas medidas incluyen

Visitas sorpresivas al laboratorio, por parte de los representantes del organismo de certificación permitiéndoles el acceso a las áreas pertinentes del laboratorio de ensayo y análisis para presenciar su realización

Permitir todos los controles razonables para que el organismo de acreditación pueda verificar la capacidad de ensayo y análisis del laboratorio

Preparación, envasado y despachado de muestras o artículos de ensayo y análisis que necesite el organismo de acreditación para efectos de verificación

Participar en cualquier programa apropiado de aptitud (capacidad del laboratorio y personal de realizar las pruebas) de ensayo y análisis o de ensayo y análisis comparativos que el organismo de acreditación pueda considerar razonablemente necesario

Permitir al organismo de acreditación examinar los resultados de las auditorías internas propias a los ensayos de aptitudes del laboratorio de ensayo y análisis ⁽¹⁴⁾

1.2.1.2 Bases y formas de certificación

La certificación sirve al fabricante como una prueba fehaciente de que su sistema de calidad está funcionando bien, mientras que al comprador le sirve como una verificación independiente de que el producto ha sido fabricado de acuerdo a una norma o a unas especificaciones técnicas acordadas entre ambas partes

El trabajo de certificación se basa en especificaciones técnicas contenidas en normas nacionales, regionales e internacionales

La autocertificación o declaración del fabricante no es suficiente salvo que dicha declaración este despojada de aspectos propagandísticos. Igualmente la certificación entre dos partes, tampoco es funcional quedando como opción la “certificación por terceros”, siendo esta la forma que mejor aceptación tiene a nivel internacional

1.2.1.3 Con la certificación se pretende

Estimular a los laboratorios a mejorar la calidad de sus servicios, de acuerdo a lo establecido en la norma

Proteger al usuario de análisis dudosos o poco confiables

1.2.1.4 Justificación para la certificación de productos y servicios

Para la certificación es necesario tener un presupuesto adicional respaldados con argumentos convincentes tales como

- a) La certificación acelera el desarrollo tecnológico de las empresas
- b) La certificación evita que el país se convierta en “botadero” de productos importados de mala calidad
- c) La certificación protege al productor, de la competencia desleal, le facilita la publicidad y aumenta el mercado de sus productos
- d) La certificación es importante para crear en el exterior, una buena imagen de calidad de los productos exportados
- e) La certificación protege al consumidor, proporcionándole productos y servicios que garantizan su alta calidad y confiabilidad

1.2.1.5 Reglamentación del sistema de certificación.

Aspectos legales

En los artículos 72 y 73 de la ley del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) y su reglamento, se hace referencia a la certificación de la calidad de laboratorios estableciendo lo siguiente

Verificación y certificación de la calidad del sistema de laboratorios

Art No 72 El Consejo y el Departamento de Normalización, Metrología y Certificación de la calidad en coordinación con las instituciones que por ley le corresponda, organizará el Sistema Nacional de Laboratorios, con el propósito de coordinar las actividades de

normalización, metrología, verificación y certificación de la calidad En este sistema participarán tanto los laboratorios públicos como privados (6)

Requisitos de los laboratorios

Art. No 73 Para formar parte del sistema, los laboratorios deberán ser acreditados por el Consejo y posteriormente ser inscritos en el registro que para tal efecto llevará el Departamento de Normalización, Metrología y Certificación de la Calidad El reglamento regulará el procedimiento de acreditación y de registros (6)

1.2.1.6 Procedimientos a seguir para la certificación de sistemas

a) Solicitud

Cualquier empresa puede solicitar al CONACYT la concesión del registro y certificación del sistema de aseguramiento de la calidad que tiene implantado La solicitud debe hacerse en papel membretado del laboratorio solicitante, y debe ir acompañada del cuestionario de evaluación preliminar, facilitado previamente por el CONACYT, el cual tiene por objeto informar sobre la situación del laboratorio en materia de gestión y aseguramiento de la calidad

b) Examen previo de la solicitud

El personal de certificación del CONACYT procederá al examen de la solicitud, a fin de analizar el contenido de la documentación que debe presentar el solicitante, y que incluirá en todo caso, el "manual de calidad"

Determinar si el sistema de aseguramiento de la calidad de la empresa es, en un primer análisis susceptible de cumplir con las exigencias de los modelos de sistemas

Ayudar a la empresa a seleccionar el modelo que mejor se adapte a su sistema de calidad

c) Tramitación de solicitud

El tramite de la solicitud por el CONACYT comprende un examen de la documentación proporcionada por la empresa, y la evaluación "in situ" del sistema de aseguramiento de la calidad, a fin de determinar la conformidad con las exigencias aplicables del modelo seleccionado

1.2 1.7 Condiciones de concesión del registro y certificación

En base al resultado de la evaluación, La Junta Directiva del CONACYT tomará el acuerdo de conceder o denegar el registro y certificación del sistema, según corresponda

El acuerdo de concesión o denegación será notificado por escrito a la empresa En caso de denegación, deben indicarse claramente las causas

Antes de la emisión del certificado, la empresa deberá firmar un contrato con el CONACYT, donde se especifica

El modelo de aseguramiento de la calidad adoptado

Las normas u otras especificaciones técnicas que deben satisfacer los productos, procesos o servicios para los que se aplican el modelo de aseguramiento de la calidad

Las reglas específicas aplicables

1.2.1.8 Validez de la certificación

La certificación emitida tendrá una validez de 3 años Después de este período se hará una nueva auditoria para la renovación de la certificación (14)

1.2.1.9 Costo del servicio de certificación

El CONACYT establecerá cada año las tarifas que cubren los gastos de funcionamiento de este esquema de certificación (14)

Estos gastos se dividen en

Gastos de admisión

Gastos anuales

Condiciones de pago

1.2 2 Procesos de acreditación

El otorgamiento de la acreditación depende de la aceptación de la documentación presentada, los resultados de la evaluación “in situ” y de cualquier otra información que el CONACYT considere pertinente para verificar el cumplimiento de los requisitos que para el efecto se han establecido en el reglamento y las condiciones aquí establecidos

1 2.3 Solicitud

1 2.3.1 Preparación de la solicitud

Para solicitar la acreditación los laboratorios deberán presentar la siguiente documentación

- a) Solicitud en el formato establecido por el CONACYT (anexo 1) La solicitud se llenará según el instructivo indicado en él (anexo 2)
- b) Ambito de competencia – los campos para los cuales se solicita la acreditación

1.2.3 2 Ambito de competencia

Cuando se otorgue la acreditación, esta se relacionará solamente con los ensayos o las calibraciones en el ámbito de competencia aprobado

Los ensayos o calibraciones aceptables para acreditación deberán fundamentarse en lo siguiente

- a) Informe que describe el ámbito y precisión de la capacidad del laboratorio para realizar ensayos o calibraciones
- b) Métodos de ensayos normalizados a nivel internacional (i e ISO - 9000, Codex Alimentarius, AOAC, etc)
- c) Instrucciones operativas que constituyen un método de ensayo o calibración, con un equipo o patrón específico
- d) Métodos de ensayos debidamente validados por diferentes laboratorios, siempre y cuando se documenten adecuadamente

1 2.3.3 Estudios y análisis de la solicitud

- a) La solicitud y documentación de apoyo será analizadas por un equipo de auditores nombrado por el CONACYT, después del análisis procederán a realizar la evaluación “in situ”

- b) CONACYT mantendrá la confidencialidad de la información proporcionada por el solicitante

1.2.3.4 Evaluación

Para la evaluación “in situ” se fijara una fecha mutuamente aceptable por ambas partes para la visita del equipo evaluador

1.2.3.5 Reevaluación

Se notificará por escrito al laboratorio, los resultados de la evaluación y se les solicitará sus comentarios u observaciones en el término de 30 días incluyendo un calendario para el cumplimiento de los requisitos insatisfechos en un período de 6 meses contados a partir de la fecha de notificación

1.2.3.6 Aprobación del informe de evaluación o reevaluación

El equipo evaluador elaborara el informe con las respectivas recomendaciones para que sea aprobado o no, por la junta Directiva del CONACYT

1.2.3.7 Acreditación.

a) Notificación

El Director Ejecutivo del CONACYT notificará oficialmente al laboratorio si se le ha otorgado o denegado, la acreditación solicitada, pudiendo el laboratorio apelar la decisión o presentar una nueva solicitud cuando haya superado las causas por las que se denegó la acreditación

b) Extensión del ámbito de competencia

Los laboratorios acreditados podrán solicitar en cualquier momento, una extensión o revisión de ámbito de competencia registrado

c) Mantenimiento de la acreditación

El laboratorio permitirá al CONACYT realizar evaluaciones, a intervalos apropiados, para confirmar si se siguen cumpliendo los registros y condiciones de la acreditación

Los laboratorios acreditados deberán informar inmediatamente al CONACYT sobre cualquier cambio que pudiera afectar su condición de laboratorio acreditado. Esto incluye entre otros aspectos, cambios en los procedimientos, formato para la presentación de informes, renuncias o incorporación de nuevo personal, nuevos equipos de ensayo o de calibración

1 2 3.8 Renuncias y cancelación

a) Renuncia

Los laboratorios pueden renunciar voluntariamente a la acreditación en cualquier momento, debiendo notificar por escrito al CONACYT

b) Suspensión y cancelación

Si se detecta que un laboratorio acreditado no cumple con los términos de la acreditación, el CONACYT notificará por escrito, pidiéndosele que tome acciones correctivas

1.2.4 Publicidad

1.2.4.1 Prácticas recomendadas para los laboratorios acreditados

Los laboratorios pueden publicar su condición de acreditados de varias maneras sin necesidad que sean aprobadas por el CONACYT

- a) Los laboratorios pueden incluir en el papel membretado de su empresa y en el material de promoción de la misma, una inscripción con el texto siguiente
 “Acreditado por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología como laboratorio de ensayo o de calibración para realizar ensayos específicos registrados en el consejo”
- b) Se puede hacer referencia a la condición de acreditado en informes que traten exclusivamente de ensayos o calibraciones amparados en los términos de la acreditación. La referencia se leerá de la siguiente manera

“Este laboratorio de ensayo o calibración esta acreditado por el CONACYT. Los ensayos o calibraciones incluidos en este informe se encuentran dentro del ámbito de competencia acreditado. Los resultados se aplican solamente a la muestras sometidas a ensayo, o al equipo sometido a calibración”

1.2.4.2 Restricciones

Restricciones para laboratorios acreditados

- a) No se puede hacer referencia a la condición de acreditados en ninguna promoción de productos o servicios, o la referencia no podrá formar parte de ningún reclamo de aceptación de datos por organismos de certificación
- b) Ninguna declaración o marca relativa a la acreditación del laboratorio puede aparecer en productos, empaques o informes de ensayos a fin de garantizar que su presencia en ellos, no se interprete como parte de un programa de certificación
- c) Si el laboratorio renuncia a la acreditación o si está se suspende o cancela, el laboratorio cesará inmediatamente de hacer referencia de su condición anterior de acreditado (12)

1.3 ASPECTOS NORMATIVOS SOBRE ACREDITACIÓN DE LABORATORIOS

El Organo Ejecutivo de la República de El Salvador considerando

Que de conformidad a lo dispuesto en los artículos 16, 1, literal “P” y 73 de la ley del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT) Es necesario crear un ordenamiento legal para la acreditación de laboratorios de ensayos y análisis (8)

Que es necesario contar con laboratorios acreditados para verificar el cumplimiento de normas técnicas salvadoreñas u otras previamente acordadas por compradores y vendedores. En uso de sus facultades constitucionales, decreta el Reglamento de Acreditación de Laboratorios de Ensayos y Análisis (Decreto N° 81) (8)

1.3.1 Acreditación de laboratorios, objeto y campo de aplicación

Art. 3 Cualquier laboratorio oficial o privado, que se dedique a la realización de pruebas, ensayos, análisis y mediciones científicas, investigativas, médicas, industriales o de

cualquier otra indole, podrá solicitar al CONACYT que lo acredite para otorgar certificados de calidad, para bienes o servicios destinados al mercado nacional o internacional (8)

Por cada solicitud se llevará un expediente aparte en el que se consignarán todas las actuaciones previas a la aprobación de la acreditación o denegación de la misma

1.3.2 Alcance de la acreditación

Art 4 El alcance de una acreditación se definirá sin ambigüedad, con referencia a uno o varios ensayos o tipos de ensayos, los métodos que se utilicen en la realización de un ensayo específico para el cual se ha otorgado la acreditación, deberán estar respaldados por normas o por métodos alternativos debidamente validados

La acreditación se otorgará únicamente a los laboratorios que cumplan con todos los requisitos que para el efecto haya establecido el CONACYT.

1.3.3 Solicitud para la acreditación

Art 5 El propietario del laboratorio o su representante legalmente autorizado para tal efecto, deberá firmar la solicitud, que tendrá carácter contractual, en la cual deben especificarse los siguientes requisitos

- a) El alcance claramente definido de la acreditación deseada
- b) El conocimiento exacto de la forma en que funciona el sistema de acreditación
- c) La aceptación, de cumplir con el procedimiento de acreditación, en especial, lo referente a recibir al equipo evaluador y pagar los gastos que se generen independientemente del resultado de la evaluación. Además, si se concede la acreditación, aceptar la vigilancia subsiguiente con todos sus derechos y obligaciones, de los laboratorios acreditados (8)

1 3 4 Procesos de acreditación

Art 6 El proceso de acreditación comprende las actividades siguientes

- a) Recopilación de la información requerida para la evaluación del laboratorio solicitante de preferencia mediante la realización de preauditorías
- b) Designación de tres o más evaluadores calificados que realizarán la evaluación
- c) Evaluación en el lugar sede del laboratorio solicitante
- d) Revisión de todo el material de evaluación reunidos, incluyendo la información proveniente de los ensayos intra e inter laboratorios, (sí han sido requeridos)
- e) Decisión de otorgar o denegar, con condiciones o sin ellas, la acreditación y la definición del alcance de la misma en base al informe del grupo evaluador
- f) Condicionar la acreditación al cumplimiento exigido por el grupo evaluador (8)

1.3.5 Información para la evaluación

Art 7 El laboratorio solicitante suministrará la información siguiente

- a) Datos generales del laboratorio solicitante, tales como Nombre y dirección de la empresa, naturaleza jurídica, recursos humanos, técnicos y otros que se estimen convenientes

- b) Información relativa al laboratorio solicitante, tal como función principal, relación dentro de una empresa mayor, y ubicación física del laboratorio involucrado
- c) Para cada laboratorio involucrado, si fuera más de uno, el listado de los ensayos para los que solicita acreditación
- d) Nombres de las personas designadas como responsables de la validez técnica de los informes de ensayos
- e) Descripción de la organización interna y del sistema de calidad utilizado por el laboratorio solicitante que garantiza la calidad de los servicios de ensayos. Se incluye en esta descripción La política de calidad, tabla de contenido del manual de calidad, reproducibilidad y exactitud de los resultados de los ensayos, programa de calibración de los equipos, rastreabilidad de las mediciones, listado del equipo utilizado y otros similares
- f) Modelos de los formatos de los informes de ensayos utilizados por el laboratorio solicitante (8)

1.3.6 Evaluadores

Art 8

a) Requisitos de los evaluadores

Los evaluadores de laboratorios deben llenar los siguientes requisitos

- 1 Ser conocedores de las disposiciones legales, los procedimientos y los requisitos de la acreditación, debiendo además ser ética y moralmente reconocidos en sus actuaciones
- 2 Tener conocimientos del método de evaluación y de la documentación relacionada con éste
- 3 Ser técnicamente competentes en los ensayos o tipos de ensayos específicos para los que se solicita la acreditación, cuando corresponda, en los procedimientos de muestreo asociados
- 4 Estar libres de cualquier interés comercial que pueda inducirlos a actuar en forma parcial o discriminatoria (8)

b) Calificación de los evaluadores

El sistema de acreditación tendrá un procedimiento adecuado para seleccionar y designar a los evaluadores, que incluye la evaluación de su competencia técnica

c) Archivos de evaluadores

El CONACYT elaborará y mantendrá actualizado un archivo sobre los evaluadores, en el que se condensarán los datos siguientes

- 1 Nombre y dirección
- 2 Cargo en la organización del empleador
- 3 Formación y nivel profesional
- 4 Experiencia de trabajo
- 5 Capacitación en aseguramiento de la calidad
- 6 Experiencia en la evaluación de laboratorios

d) Procedimientos para la designación de evaluadores

El CONACYT dispondrá de procedimientos para

- 1 Asegurar que un evaluador calificado, con el acuerdo de su empleador, acepta ser designado para evaluar, en un plazo establecido, a un determinado laboratorio
- 2 Designar un evaluador jefe
- 3 Proveer a los evaluadores con toda la información necesaria, para el caso, las principales normas que describen los ensayos para los que se solicita la acreditación, informes de evaluaciones previas y otros similares (8)

1.3.7 Designación de evaluadores

Art 9 Los evaluadores serán designados formalmente, y su encargo estará claramente definido y será dado a conocer oportunamente al laboratorio solicitante, dicho laboratorio será informado de la fecha de la evaluación y de los nombres de los evaluadores designados para realizarla. El laboratorio se reserva el derecho de aceptar o rechazar cualquier evaluador

1.3.8 Evaluación del laboratorio solicitante

Art 10 El laboratorio solicitante será sometido a una evaluación en el lugar de sus instalaciones por el grupo de evaluadores, quienes pueden ser acompañados por representantes de CONACYT

1.3.9 Documentación correspondiente a la evaluación

Art 11 El equipo evaluador suministrará al CONACYT, un informe completo, con toda información relevante referida a la capacidad del laboratorio solicitante para cumplir con los requisitos de la acreditación incluyendo aquellos que puedan resultar de los ensayos de aptitud

El CONACYT hará del conocimiento del laboratorio solicitante, un informe completo sobre el resultado de la evaluación. El laboratorio será invitado a presentar sus comentarios sobre este informe en un plazo no mayor de quince días, y sobre las acciones correctivas, debiendo ser este durante un plazo designado por el mismo, para subsanar aquellos requisitos de acreditación no cumplidos durante la evaluación

El formulario de solicitud completado por el laboratorio, el informe pormenorizado sobre, el resultado de la evaluación, los comentarios recibidos del laboratorio solicitante luego de la evaluación y cualquier otra información relacionada serán manejados confidencialmente por el CONACYT. El objeto de esta revisión consiste en determinar si la información recopilada de muestra que el laboratorio cumple o no con los requisitos de la acreditación (8)

1.3.10 Método de evaluación

Art 12. CONACYT publicará, actualizará y pondrá a disposición del laboratorio solicitante y de los evaluadores, la descripción completa del método de evaluación utilizado para asegurar el cumplimiento de los requisitos de acreditación por parte de dicho laboratorio (8)

1.3.11 Informe de evaluación

Art 13 El informe de evaluación se presentará en el modelo que para tal efecto el CONACYT proporcionará a los evaluadores, e incluirá

- a) Los nombres de los evaluadores
- b) El nombre y dirección del laboratorio evaluado
- c) El alcance de la acreditación solicitada y la concedida
- d) Información sobre la calificación técnica, experiencia y autoridad del personal entrevistado especialmente de las personas responsables de la validez técnica de los informes de ensayo
- e) Observaciones sobre si la organización interna y los procedimientos utilizados por el laboratorio solicitante son los adecuados para, dar confianza en la calidad de sus servicios de ensayos
- f) Información sobre cualquier ensayo de aptitud que el laboratorio haya realizado, los resultados de este y el uso de los resultados obtenidos
- g) Observaciones del grupo evaluador sobre el cumplimiento de los requisitos de acreditación
- h) Observaciones sobre la presentación de los informes de ensayos
- i) Observaciones sobre las acciones tomadas para corregir cualquier incumplimiento identificado en evaluaciones previas (8)

1.3.12 Decisión sobre la acreditación

Art. 14 El dictamen técnico de los evaluadores será enviado a la junta directiva de CONACYT, a través del jefe del departamento, quien en base al dictamen técnico emitirá una resolución sobre la acreditación del laboratorio

La resolución favorable a la acreditación constituye la autorización de la que dispondrá el laboratorio para la realización de ensayos y demás actividades de forma oficial. Esta autorización se renovará cada año, siempre y cuando no haya incumplimiento a las disposiciones de este reglamento

1.3.13 Ampliación del alcance de la acreditación

Art 15 El CONACYT debe disponer de procedimientos escritos para la evaluación de los laboratorios que soliciten la ampliación de la acreditación para ensayos adicionales. En estos casos se procederá a evaluar la competencia técnica del laboratorio para realizar tales ensayos, mediante nueva auditoría (8)

1.3.14 Ensayos de aptitud (Intra e Inter laboratorios)

Art 16 Los laboratorios acreditados y los solicitantes, participarán en ensayos de aptitud, organizados por el CONACYT, cuando éste así lo estime conveniente

No se otorgará ni mantendrá una acreditación únicamente solo en base a los resultados de los ensayos de aptitud. El CONACYT deberá asegurar que se ha establecido la precisión de los métodos utilizados en los ensayos de aptitud (8)

1 3 15 Vigilancia de los laboratorios acreditados

Art 17 Una vez que un laboratorio ha sido acreditado, se realizarán evaluaciones periódicas para asegurar que el laboratorio continua cumpliendo con los requisitos de acreditación (8)

1 3.16 Informe de ensayos del laboratorio acreditado

Art 18 En general, el laboratorio acreditado estará autorizado a hacer referencia a su acreditación solamente en los informes relacionados con los ensayos o tipos de ensayos para los que se otorgó la acreditación Sin embargo, el CONACYT podrá autorizar al laboratorio a incluir en dichos informes los resultados de ensayos a los que no se aplica la acreditación, siempre que dichos resultados sean identificados en forma clara y sin ambigüedades, sobre tal condición (8)

1 3 17 Subcontratación por laboratorios acreditados

Art 19 El CONACYT solamente permitirá a los laboratorios subcontratar los ensayos para los que se concedió la acreditación, siempre y cuando el laboratorio subcontratante este acreditado para los ensayos considerados En casos excepcionales el CONACYT, puede permitir la subcontratación de los ensayos para los que se concedió la acreditación a laboratorios no acreditados, pero en este caso, el laboratorio acreditado tomará las medidas razonables para asegurar que el laboratorio subcontratante cumple con las prescripciones del procedimiento de acreditación, además debe establecerse claramente que el informe del ensayo la distinción entre los ensayos que realiza el laboratorio acreditado y los realizados por el laboratorio subcontratado (8)

1.3.18 Sanciones por infracciones

Art 20 Por denuncias escritas de la Dirección General de Protección al Consumidor del Ministerio de Economía o de cualquier interesado, CONACYT podrá suspender o cancelar la acreditación de un laboratorio, previa audiencia de los afectados, en los siguientes casos

- a) Cuando el laboratorio al ser requerido, no proporcione en forma oportuna y completa los informes respecto a su funcionamiento y operación
- b) Por suspender sin causa justificada sus actividades, por un período que exceda los treinta días
- c) Por impedir u obstaculizar las funciones de vigilancia o auditoría que el CONACYT autorice realizar en base a este reglamento
- d) Por errores comprobados en los resultados de los análisis
- e) Por modificar las instalaciones o personal técnico del laboratorio, de manera tal que no pueda cumplir satisfactoriamente con sus funciones (8)

1.3.19 Aplicación de las sanciones

Art 21 Las infracciones a que se refiere el artículo anterior se sancionarán así

- a) Por comisión de cualquiera de ellas, se suspenderá la acreditación del laboratorio por un período de tres meses, lo cual debe hacerse del conocimiento del laboratorio sancionado, indicando las causas de la suspensión

- b) Se cancelará definitivamente la acreditación del laboratorio por reincidencia en la infracción, o porque de ella resulte afectada la economía, la vida humana, animal, vegetal o el medio ambiente

La imposición de cualquiera de las sanciones anteriores no afecta el ejercicio de la acción judicial correspondiente ⁽⁸⁾

1.3.20 Publicidad de las resoluciones

Art 22 El CONACYT publicará trimestralmente en los medios que se juzguen convenientes, la lista de laboratorios acreditados, la de los suspendidos y los cancelados si los hubiere ⁽⁸⁾

1.3.21 Registro de laboratorios acreditados

Art 23 CONACYT mantendrá y actualizará periódicamente un registro de los laboratorios acreditados, describiendo para cada caso el alcance de la acreditación concedida, así como las modificaciones u otras acciones relacionadas con la acreditación ⁽⁸⁾

1.4 PRINCIPIOS DE BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIOS

Los servicios analíticos constituyen uno de los elementos fundamentales de control de calidad del agua

Un mecanismo comprobado para que un laboratorio sea confiable debe poseer un adecuado diseño de programa de garantía de calidad del laboratorio, contando con los recursos y la autoridad suficiente para aplicarlos y desarrollarlos. ⁽¹⁶⁾

El mayor propósito de un laboratorio de análisis consiste en asegurar y controlar la calidad de los resultados, entendiéndose por calidad las propiedades y características óptimas de un producto o servicio. Al descuidar estas prácticas o si no se presta la debida atención al desarrollo de un programa analítico y a los instrumentos que se usan en él, se propician deficiencias en la obtención de resultados. Establecer la calidad de estas es una tarea indispensable que requiere del compromiso y dedicación del encargado del laboratorio y de todo su personal.

Prácticas deficientes en los servicios analíticos han creado inquietud para desarrollar Programas de acreditamiento de laboratorio, la formulación de regulaciones gubernamentales, desarrollo, aplicación de programas de control de calidad y garantía de calidad cuyo propósito es asegurar la calidad de los resultados ya que variaciones apreciables o significativas en estas pueden causar daños en la salud del consumidor y pueden significar pérdidas para los industriales, importadores y exportadores ⁽¹⁶⁾

1.4.1 Definición de términos

Buenas practicas de laboratorio

Las buenas practicas de laboratorio se refieren al proceso organizacional, y las condiciones bajo las cuales los estudios de laboratorio se planean, realizan, vigilan, registran e informan

Laboratorio de pruebas

Esta formado por las personas, requisitos y unidades, que son, necesarias para dirigir el estudio

Cuando es aplicado a estudios de campo, puede incluir varios lugares de prueba, en uno o más lugares geográficos, donde se dirigen las fases o componentes de un solo estudio completo

Laboratorio de investigación

Es donde se desarrollan o se llevan a cabo la caracterización de la sustancia de prueba/referencia (incluyendo la determinación de la identidad, pureza/fuerza, estabilidad y otras actividades relacionadas)

Director del estudio

Es la persona responsable de conducir el estudio en su totalidad En cada lugar de prueba donde el director del estudio no pueda efectuar una supervisión inmediata, los procedimientos del estudio pueden ser controlados por un investigador principal, que es un individuo responsable de la dirección de ciertas fases definidas del estudio, cuyas responsabilidades pueden definirse así El investigador principal será una persona calificada adecuadamente y experimentada, capaz de supervisar en forma inmediata la fase definida

El investigador principal deberá asegurar, que las fases relevantes del estudio sean conducidas de acuerdo con el plan de estudio, con los procedimientos normales de operación y con las buenas prácticas de laboratorio Estas responsabilidades incluirán, pero no necesariamente se limitarán a

- a) Colaborar en forma apropiada en la elaboración del borrador del plan de estudio
- b) Asegurar que el plan de estudio sea apropiadamente informado, que tal información este documentada y que las copias del mismo y los procedimientos normales de operación estén con libre acceso al personal, cuando sea necesario
- c) Asegurar que todos los datos experimentales, incluyendo respuestas no consideradas en el sistema de prueba, sean registradas adecuadamente
- d) Asegurar que todas las desviaciones a los procedimientos normales de operación y al plan de estudio, imprevistos o errores inadvertidos sean anotados, cuando se presenten, para tomar una acción correctiva en forma inmediata Las correcciones al plan de estudios, cambios permanentes, modificaciones o revisiones deben ser autorizadas por el director del estudio por escrito
- e) Asegurar que todas las muestras y especímenes tomados durante las fases del estudio, estén protegidas adecuadamente contra desorden y deterioro durante el manejo y almacenamiento

También se deben asegurar que estas muestras sean manejadas de una forma apropiada

Programa de aseguramiento de calidad

Es un sistema de control interno diseñado para asegurar que el estudio cumple con los principios de buenas prácticas de laboratorio

Procedimientos normales de operación

Son los procedimientos escritos que describen como llevan a cabo ciertas pruebas de laboratorio rutinarias o actividades no específicas

Patrocinador

Es una persona o entidad (es quien encarga y/o financia un estudio)

Términos relacionados al estudio**Estudio**

Es un experimento o grupo de experimentos en los cuales, una sustancia de prueba es evaluada para obtener información sobre sus propiedades y/o su seguridad para la salud del ser humano y ambiente

Información no procesada

Son todos los registros originales del laboratorio y documentación o copias verificadas en su caso, las cuales son el resultado de las observaciones originales y actividades en un estudio

Términos concernientes a la sustancia de prueba**Sustancia de prueba**

Es una sustancia química o una mezcla que se encuentra bajo investigación

Sustancia de referencia

Es una sustancia química bien definida o cualquier otra mezcla diferente a la sustancia de prueba, usada para proveer una base para la comparación con la sustancia prueba

Muestra

Porción representativa de una sustancia, empleada en su análisis

1.4 2 Organización del laboratorio y personal**Responsabilidad del director**

La dirección de los laboratorios de prueba debe asegurar que los principios de buenas prácticas de laboratorio están siendo cumplidos en el laboratorio

Como mínimo deberá

- a) Asegurar que se encuentren disponibles el personal calificado, las instalaciones, el equipo y los materiales
- b) Asegurar que se tomen en cuenta las precauciones necesarias referentes a la seguridad y a la salud, y que sean aplicadas de acuerdo a las normas nacionales y/o internacionales
- c) Asegurar que los procedimientos normales de operación sean establecidos y llevados a cabo
- d) Asegurar que exista un programa de aseguramiento de calidad y personal asignado para ello
- e) Mantener archivos históricos de todos los procedimientos normales de operación

Responsabilidad del personal

- a) El personal debe ejercitar una practica segura en el trabajo Las sustancias químicas deben ser manejadas con la precaución adecuada, hasta que se establezca su peligrosidad de acuerdo a la información del producto
- b) El personal deberá llevar a cabo todas las precauciones de salud para minimizar el riesgo a que se exponen

Selección del personal

Para la selección del personal es importante conocer sus aptitudes y conocimientos que les permita asumir tan alta responsabilidad como las que se realizan en un laboratorio de análisis Para este propósito es necesario realizar una serie de pruebas que permitan conocer los rasgos personales más importantes tales como

- a) Rasgos físicos fuerza, vista, apariencia, destreza manual, oído, visión de colores, etc
- b) Habilidades mentales velocidad de percepción, facilidad numérica, facilidad de palabras, visualización especial, razonamiento inductivo y deductivo, interés o inclinación por diversos tipos de actividades
- c) Personalidad Dinámica, minuciosa, adaptable, emocionalmente estable, perseverante, etc
- d) Antecedentes Estudio, experiencia y conocimientos especiales

Descripción de tareas y funciones

Esta descripción comprende únicamente las tareas o funciones principales de la persona o de la unidad organizativa, o bien enumerar en forma precisa Tareas, funciones y objetivos que se persiguen, grado de autoridad, relaciones de supervisión, dependencia, colaboración, responsabilidad hacia otros puestos, medidas de control y de valoración de su actuación

1.4.3 Programa de aseguramiento de calidad

Generalidades

- 1 El laboratorio debe tener un programa de aseguramiento de calidad documentado, a fin de asegurar que los estudios efectuados están de acuerdo con los principios de buenas practicas de laboratorio
- 2 El programa de aseguramiento de calidad debe ser llevado a cabo por el individuo o individuos designados y directamente responsables ante la dirección

Responsabilidad del personal del programa de aseguramiento de la calidad

- 1 Las responsabilidades del personal de aseguramiento de calidad, deben incluir sin que estén limitadas a las siguientes funciones
 - a) Asegurar que el plan de estudio y los procedimientos normales de operación estén disponibles para el personal que participe en el estudio
 - b) Asegurar que los procedimientos normalizados de operación sean seguidos, mediante inspecciones periódicas del laboratorio
 - c) Revisar en los informes finales para confirmar que los métodos, procedimientos y observaciones sean descritos con precisión y que los resultados del informe reportados reflejen en forma precisa los datos obtenidos del estudio (16)

1.4.4 Laboratorios

Generalidades

- a El laboratorio debe ser de un tamaño adecuado, la construcción y localización de acuerdo a las necesidades del análisis que realizan y con mínimas alteraciones que puedan interferir con la validez del mismo
- b El diseño del laboratorio, debe incluir un grado adecuado de separación de las diferentes actividades para asegurar el desarrollo adecuado de cada estudio

Infraestructura para el manejo de las sustancias de prueba y de referencia

- 1 Para prevenir contaminación debe haber áreas separadas para la recepción y el almacenamiento de las sustancias de prueba, de referencia y mezclado de sustancias de prueba con un vehículo
- 2 Las áreas de almacenamiento deben ser adecuadas para preservar la identidad, concentración, pureza, estabilidad y asegurar de proveer un almacenamiento seguro para sustancias peligrosas

Diseño general del laboratorio ⁽¹⁶⁾

Generalidades

Los locales del laboratorio deben contar con los servicios de electricidad, agua potable, gas, ventilación, drenaje, vacío y disponer de agua caliente. Las instalaciones eléctricas deberán satisfacer las necesidades del equipo en estabilidad voltaje y carga. La iluminación debe ser apropiada en todos los lugares de trabajo, en particular en las áreas analíticas, además se debe contar con gabinetes, gavetas y anaqueles para mantener un suministro adecuado de material de vidrio, reactivo, etc.

La planificación, el diseño de un laboratorio, así como la remodelación y la ampliación deben estar a cargo de un comité en el que participa obligatoriamente el arquitecto del proyecto, el director del laboratorio y otros profesionales del mismo.

El espacio necesario se determinará en base a los servicios específicos, programas, tipo de volumen de trabajo, equipo necesario y el cuadro del personal previsto.

Características de construcción

Deben utilizarse materiales de construcción no inflamables, resistentes a la corrosión y de fácil limpieza, de superficies lisas para disminuir la posibilidad de acumulación de desechos. Los techos, paredes y suelos deben ser lisos y fáciles de lavar, impermeables a los líquidos y resistente a la acción de las sustancias químicas, solventes y productos desinfectantes utilizados de ordinario en el laboratorio.

El color de los techos y paredes deben ser de tonos claros mate que permitan una difusión homogénea de la luz, evitando reflejos perjudiciales. No debe emplearse pinturas iónicas para evitar la disolución de moléculas gaseosas en el ambiente. Es recomendable usar pinturas bacteriostáticas, lavables a base de resina epóxica.

Los pisos deben ser resistentes al desgaste, antiestáticos, antideslizantes no porosos y cómodos. Las juntas entre la pared y piso impermeables y los zocalos del tipo denominado sanitario.

Las puertas y ventanas pueden ser de madera o metálicas, las metálicas son más utilizadas por su calidad y resistencia. Las más empleadas son las de aluminio por no requerir pintura y por mantener su apariencia permanente, además estas deben ser lo más lisas posibles sin molduras de difícil limpieza, no deben tener contramarcas, su estructura debe permitir un ajuste directo con las paredes, para evitar la entrada de polvo exterior. Las puertas deben abrir hacia fuera.

Las ventanas deben tener aberturas al exterior y estar provistas de mosquiteros cuando así lo requiera.

Si el laboratorio tiene aire acondicionado, las ventanas deberán ser fijas de cierre absoluto y tener como única misión, el permitir la entrada de la luz natural.

Mobiliario

El mobiliario debe ser sólido y de diseño sencillo, funcional y de fácil limpieza, debe mantenerse espacio entre las mesas, armarios y otros muebles, así como debajo de los mismos a fin de facilitar la limpieza.

El material de los muebles y cubierta de la mesa de trabajo debe ser lisa, resistente al calor, sustancias químicas, colorantes y reactivos.

Las mesas deben estar provistas de los servicios necesarios (gas, conexiones eléctricas, aire comprimido, vacío, etc.) los armarios deben estar provistos de gavetas y cajones, acordes a las necesidades para guardar el material de laboratorio y estas pueden ser de madera o metálicas, en este último caso deberán estar recubiertos de plástico o pinturas pigmentadas para resistir la corrosión.

Se recomienda que el ancho de las mesas instaladas sean de 0.75 metros y la altura de 0.78 metros para mesas donde se trabaja sentado y 0.9 metros para mesas donde se trabaja de pie.

Para sentarse se utilizan en el laboratorio taburetes, sillas fijas, o desplazables con altura regulable.

La estantería debe ser resistente a las emanaciones de los ácidos y reactivos que se colocan en su interior. No deben guardarse microscopios y aparatos de precisión en anaqueles donde se conservan reactivos y sustancias corrosivas.

Instalaciones eléctricas

Debe contarse con un suministro de energía eléctrica suficiente, estable, libre de fluctuaciones y aislado convenientemente.

La carga eléctrica se debe determinar teniendo en cuenta los aparatos eléctricos y electrónicos de que dispone el laboratorio, la iluminación, equipo de ventilación, maquinaria instalada, etc. Las líneas de distribución de corrientes deben estar diseñadas para alimentar los equipos en cada laboratorio sin sufrir sobrecarga. Cada circuito se debe proteger independientemente con interruptor térmico.

Es recomendable disponer de una subestación eléctrica de capacidad igual al triple de las necesidades totales de carga, para asegurar un suministro suficiente para uso futuro.

La corriente eléctrica que se utiliza generalmente en el laboratorio es de 115 voltios o de 220 voltios.

El voltaje se estabiliza, cuando es necesario, por medio de un regulador central con líneas de distribución de corriente estabilizada para las áreas que lo requieran.

Los tomas de corriente instaladas en las mesas deben estar perfectamente diferenciadas en razón al voltaje que surten haciéndose notar en su caso si se trata de voltaje estabilizado.

Los tomas de corriente deben ser de 3 polos para asegurar una buena conexión a tierra. Es conveniente contar con una planta eléctrica de emergencias de capacidad tal que garantice la continuidad del funcionamiento de equipos y servicios esenciales.

Instalación hidráulicas

En el laboratorio se requieren instalaciones de agua para diferentes fines: potable, caliente, contra incendio. Además estaciones de producción de agua de calidad especial: destilada, bidestilada y desionizada.

Se recomienda disponer de una cisterna de volumen adecuado según la necesidad del laboratorio, que garantice al menos una semana de consumo sin reponer gastos.

El abastecimiento a los laboratorios es recomendable hacerlo mediante sistema hidroneumáticos que permiten ahorrar gastos y provee presión bastante estable (4 a 6 kg/cm²). Es conveniente señalar o pintar con colores reglamentarios las tuberías. El sistema de agua contra incendios debe ser independiente del de agua de consumo de laboratorio.

Es recomendable construir la red de distribución de agua con tuberías de cobre para evitar incrustaciones. No así para el área microbiológica en donde se recomienda usar PVC o acero inoxidable (16).

Drenaje

Se recomiendan sistemas simples, ocultos y cerrados. En esta instalación solo deben utilizarse materiales de comprobada resistencia mecánica y contra la acción de los componentes químicos que por ellas se descargan, el sistema debe tener un mínimo de codos y vueltas para evitar la acumulación de desechos.

Es conveniente separar las aguas de desecho del laboratorio de las aguas negras, instalando dos redes de drenaje y dar el tratamiento adecuado a las aguas de desecho

El drenaje de aguas de desecho puede ser construido de hierro colado, hierro de fundición de alto silicio, vidrio y polietileno de alta densidad

El vidrio de borosilicato es un material de excelente resistencia al ataque químico y al choque térmico. Este material tiene un tratamiento térmico en su acabado que le da muy buena resistencia al impacto, tiene además la ventaja de ser sumamente ligero, de fácil instalación y conservación

Instalación de gas

Se puede utilizar en el laboratorio gas natural o gas licuado

La red de alimentación de gas se construye en tubería de cobre asegurando la total ausencia de fuga. Además de alimentar los tomas para mecheros y ocasionalmente parrillas se utilizan como combustible en generadores de vapores de baja capacidad y en sistemas de agua caliente. Toda la red de alimentación de gas deberá llevar el color reglamentario

Iluminación

Será la apropiada en todos los lugares de trabajo y en particular en las áreas analíticas para asegurar eficiencia en las operaciones realizadas, así como en los cuartos de refrigeración para facilitar la identificación de las muestras. Si la iluminación es por luz natural se debe cuidar de no recibir directamente la luz solar para evitar reflejos que interfieran en la observación o provoquen aumentos de temperatura que alteren los resultados de trabajo

Ventilación

La ventilación puede llevarse a cabo en forma natural o por medio de sistemas mecánicos. La primera se logra a través de puertas y ventanas. La segunda por la instalación de sistemas mecánicos de inyección y extracción de aire o por instalaciones de aire acondicionado

La temperatura ambiente deberá mantenerse entre 20 y 23 °C y la humedad relativa del aire debe ser aproximadamente de 50% con una tolerancia del 5%, ya que los valores fuera de estos límites pueden deteriorar o producir errores en algunas pruebas de laboratorio

Los laboratorios que por su localización geográfica tengan variaciones extremas de temperatura ambiente deben contar con aire acondicionado. No se debe apagar el sistema de aire acondicionado al finalizar las horas de trabajo ni durante los fines de semana, ya que se ha comprobado que la calidad de las operaciones de laboratorio se ven seriamente afectadas por las variaciones bruscas de temperatura ambiente

Control de vibraciones y ruido

La planificación y ejecución de las medidas de protección contra el ruido y las vibraciones son necesarias para crear buenas condiciones de trabajo y para eliminar o proteger de

vibraciones que puedan afectar el funcionamiento de ciertos instrumentos del laboratorio (balanzas analíticas, microbalanzas, y otros instrumentos sensibles)

Se debe elegir cuidadosamente la ubicación y colocación de máquinas y aparatos protegiéndolos de las vibraciones. Es conveniente el uso de mesas especiales para balanzas analíticas previstas de sistemas antivibratorios. Restringir el uso de centrifugas y agitadores mecánicos exclusivamente a las áreas donde los efectos de la vibración no afecten el equipo y aparatos del laboratorio.

El ruido generado en el laboratorio debe ser mínimo a fin de que los trabajadores desempeñen sus funciones sin dañar su salud y capacidad de concentración.

Orden y limpieza

El material de laboratorio se debe tener debidamente clasificado y almacenado en un lugar conveniente.

Se debe hacer una lista por orden alfabético o por numeración interna del laboratorio o por el contenido químico de los reactivos y sustancias en cada gabinete.

Todos los reactivos, soluciones, colorantes, etc. se deben etiquetar para evitar confusiones graves. Las etiquetas deben indicar si se trata de soluciones acuosas, alcohólicas o de otro tipo. No se debe salpicar las mesas y pisos con agua o colorantes.

El material a examinar debe tocarse exclusivamente con instrumentos estériles y jamás con las manos.

Recomendaciones generales para la limpieza

El adiestramiento, motivación y la supervisión de la limpieza deben ser estrictos. Debe haber control de:

Tránsito de personas y materiales

Desperdicios

Aire acondicionado

Trapeadores y paños de limpieza

Superficies (cuidar que estas no queden mojadas)

Deben existir manuales o instrucciones de limpieza y desinfección, ya sea por:

Métodos manuales

Métodos mecánicos

Agentes de limpieza y desinfección

Para cada caso particular debe existir un manual de limpieza y desinfección en el que se especifique para cada área:

Frecuencia de la limpieza (diaria, semanal, mensual, etc.)

Nivel de limpieza requerido (trapeado húmedo o mojado, limpieza profunda, aspirar, etc.)

Agente químico a usar y/o detergente y su concentración

Instrucciones para el cuidado, mantenimiento y limpieza de los utensilios y equipos de limpieza

Debe elaborarse un programa de limpieza y desinfección que comprende

Limpieza de paredes, suelos y techos

Descontaminación ambiental

Desinfección del equipo y local

Periodicidad de inspección

El formaldehído utilizado como desinfectante suele encontrarse en el comercio a una concentración de gas en el agua de unos 370 g/litro (37%), solución conocida con el nombre de formol Aplicado a la concentración de 50 g de ingrediente activo/litro (5%), el formaldehído constituye un eficaz desinfectante líquido

Instalación para archivos

Se debe proveer de espacios para el almacenamiento de archivo y recuperación de información no procesada, reporte, muestras y especímenes

Disposición de desechos

- 1 El manejo y disposición de desechos deben efectuarse de tal manera que no arriesgue la integridad de los estudios en desarrollo
- 2 El manejo y disposición de desechos generados durante el proceso de un estudio, deben ser efectuados de tal forma que sea consistente con los requerimientos regulatorios respectivos

1.4.5 Equipo material y reactivos

Los equipos utilizados para la generación de datos y para el control de los factores ambientales relevantes para el estudio, deben ser localizados adecuadamente y diseñados de una manera apropiada y de capacidad apropiada.

Los aparatos utilizados en un estudio deben ser periódicamente inspeccionados, limpiados, con mantenimiento y calibración de acuerdo a los procedimientos normales de operación. Los registros de los procedimientos deben guardarse

En la fase de campo la frecuencia de dichas operaciones, particularmente la calibración podrá ser necesario un posible transporte del equipo (por ejemplo cuando las balanzas son cambiadas de un lugar a otro) Estas operaciones deben estar descritas por los procedimientos normales de operación

Los equipos que son utilizados para un estudio específico (por ejemplo, equipo prestado o rentado, o equipo como los aspersores), son específicamente configurados para el uso en un estudio que pudieran no tener registros de inspecciones periódicas, limpieza, mantenimiento y calibración En tales casos, esta información puede ser registrada en los datos no procesados del estudio específico Si no es factible documentar los procedimientos

relevantes como procedimientos normales de operación pueden ser documentados en los planes de estudio, con referencia en los manuales

Material

Los equipos y materiales utilizados en estudios no deben interferir con el sistema de prueba

Reactivos

Los reactivos deben estar etiquetados apropiadamente para indicar su fuente, identidad, concentración e información de estabilidad y deben incluir la fecha de preparación, la fecha de caducidad e instrucciones específicas de almacenamiento

Equipos

Criterios mínimos:

Adquirir sólo el equipo e instrumentos cuyas especificaciones sean requeridas para la función que van a desempeñar

Elegir cuidadosamente el lugar de su instalación

Establecer los programas de mantenimiento preventivos y de validación para cada aparato o instrumento

Efectuar la calibración de los instrumentos de acuerdo a las indicaciones establecidas en el manual de operación

Llevar a cabo el mantenimiento general (limpieza, ajuste, lubricación)

Disponer de un expediente para cada aparato o instrumento

Selección de compra

La selección del equipo debe hacerse tomando en cuenta los siguientes factores

Costo

Volumen de trabajo

Facilidades de operación

Exactitud

Duración

Condiciones de garantía

Mantenimiento

Costo de reparación

Existencia de repuestos

Y otros

Ubicación del equipo

Se debe elegir el lugar apropiado para cada aparato teniendo en cuenta las condiciones ambientales que requiere, así como el suministro de energía eléctrica conforme a las especificaciones del fabricante

Registros

El laboratorio debe tener un registro de datos sobre el funcionamiento de sus equipos, que permita comprobar que estos están operando dentro de las especificaciones establecidas

Debe existir un expediente para cada aparato en donde se indique

- a) Descripción del equipo, marca, modelo, número de serie y número de inventario, nombre y dirección del fabricante, proveedor o representante, teléfono
- b) Fecha de compra y costo
- c) Fecha de recepción en el laboratorio
- d) Fecha de puesta en servicio
- e) Ubicación del aparato
- f) Descripción de desperfectos y reparaciones

Cuidado

Prácticas recomendadas para la manipulación y conservación de los equipos

- 1) Vigilar sistemáticamente el funcionamiento del equipo
- 2) Designar a una persona como responsable de cada aparato o grupo de aparatos
- 3) Seguir estrictamente las instrucciones de operación de los aparatos
- 4) Efectuar la calibración de acuerdo a los manuales de operación
- 5) Los analistas deberán informar del mal funcionamiento del equipo a la persona responsable
- 6) Se deberá colocar una etiqueta sobre el aparato que indique que se encuentra “fuera de servicio”
- 7) El laboratorio deberá contar con manuales escritos para cada equipo
- 8) Anotar en una libreta el tiempo de uso, y el nombre de la persona que utiliza el aparato

Material de vidrio

Criterios mínimos

Establecer las especificaciones de compra y los métodos de control

Seleccionar cuidadosamente la calidad del material de acuerdo al tipo de pruebas que realice

Utilizar únicamente material de vidrio clase A para preparar todas las soluciones valoradas

Determinar los procedimientos especiales de lavado que se requieran

No debe utilizarse material de vidrio roto, rayado, descantillado o desportillado

Selección y adquisición del material de vidrio

En necesario poner especial atención en la adquisición de los matraces aforados, buretas, probetas y pipetas graduadas

Limpieza

Los métodos de limpieza se adaptan al tipo de sustancias que sea necesario remover. Todo material de vidrio contaminado se deberá esterilizar en autoclave durante 20-30 minutos antes del proceso de lavado. El material de vidrio se considera limpio cuando forma una película de líquido uniforme.

En las pipetas los restos de grasas o de polvo en la superficie interior, provocan un escurrimiento incompleto y la formación irregular del menisco, falseando las lecturas.

El material de vidrio no contaminado se lava con una solución de detergente neutro con agua caliente, después se enjuaga con agua destilada y se deja secar a temperatura del laboratorio

Control del material de vidrio

- a) Examinar y descartar el material roto, rayado, o descantillado
- b) Comprobar que no existan residuos de detergente en el material de lavado
- c) Verificar la esterilidad del material de vidrio

1.4.6 Sistema de prueba.

Físicoquímico

- 1 Los equipos utilizados para la generación de información físicoquímico, deben estar adecuadamente localizados y de un diseño apropiado y capacidad adecuada
- 2 Las sustancias de referencia deben ser utilizadas para el aseguramiento de la integridad de los sistemas de prueba físicoquímicos

1.4 7 Sustancias de prueba y de referencia

Recepción, manejo y almacenamiento

- 1 Conservar registros, incluyendo caracterización de las sustancias, fecha recepción, cantidades recibidas y usadas en los estudios
- 2 Los procedimientos de manejo, muestreo y almacenamiento deben identificarse, para asegurar una homogeneidad, estabilidad, eliminando así en lo posible la contaminación y el mezclado
- 3 Los contenedores de almacenamiento deben llevar la información de identificación, fecha de caducidad e instrucciones específicas de almacenamiento

Caracterización

- 1 Cada sustancia de prueba y de referencia debe estar identificada apropiadamente
- 2 Debe conocerse para cada estudio, la identidad, incluyendo el número de lote, pureza, composición, concentraciones y otras características para definir apropiadamente cada lote de la sustancia de prueba o de referencia
- 3 La estabilidad de la sustancia de prueba y de referencia, bajo condiciones de almacenamiento, deben ser conocidas para todos los estudios

La información química del producto, basado en experimentos en diferentes laboratorios, frecuentemente definen la estabilidad de las mezclas de sustancias de prueba en el vehículo en un intervalo de pH, temperatura y valores de dureza del agua

Si van a ser analizadas mezclas de muestras en tanques, estos requisitos deben ser especificados en el plan de estudios junto con el muestreo y la metodología analítica

- 4 Para propósitos analíticos, una muestra de la sustancia de prueba de cada lote debe ser conservada para estudios en los cuales la sustancia de prueba es probada por un tiempo mayor de cuatro semanas

1.4.8 Procedimientos normales de operación (17)

Generalidades

- 1 Un laboratorio debe tener escrito procedimientos normales de operación, los cuales sirven para asegurar la calidad e integridad de la información generada en el curso del estudio
- 2 Cada unidad del laboratorio, debe tener disponible en forma inmediata los procedimientos normales de operación relativas a las actividades que se realizan en el. Los libros de texto publicados, artículos y manuales, pueden ser usados como suplementos a estos procedimientos normales de operación

Aplicación

Los procedimientos normales de operación, deben estar disponibles, pero no ser limitados a las categorías siguientes de actividades del laboratorio, ejemplo

- a Equipo y reactivos (Uso, mantenimiento, limpieza, calibración, preparación de reactivos)
- b Procedimientos para el aseguramiento de la calidad
- c Salud y precauciones de seguridad

1.4.9 Desarrollo del estudio

Contenido del plan de estudio

El plan de estudio podrá contener, sin que este limitado a la siguiente información

- 1 Identificación del estudio, sustancia de prueba y de referencia
 - a Un título descriptivo
 - b Una declaración que indica la naturaleza y objetivo del estudio
 - c Identificación de la sustancia de prueba por código o nombre (IUPAC, etc)
 - d La sustancia de referencia utilizada
- 2 Información concerniente del patrocinador y al laboratorio de prueba
 - a Nombre y dirección del patrocinador
 - b Nombre y dirección del lugar de realización de la prueba
- 3 Fechas

Fecha propuesta para inicio y terminación

- 4 Métodos de prueba

Referencias a los lineamientos de prueba u otras normas a ser utilizadas

1.4.10 Informe de resultados del estudio

Generalidades

- 1 Será preparado un informe final del estudio
- 2 Se recomienda el uso de unidades estándar internacionales
- 3 El informe final deberá firmarse y fecharse por el director del estudio
- 4 Las correcciones y adiciones al informe serán en la forma de una enmienda, el cual especifica la razón de la corrección o adición, deben estar firmados, fechados por el director de estudio y por el investigador principal de cada disciplina considerada.

Contenido del informe final

- 1 Identificación del estudio, sustancia de prueba y de referencia
- 2 Información del laboratorio de prueba
- 3 Fechas en que el estudio inicio y finalizó
- 4 Declaración de aseguramiento de la calidad
- 5 Descripción del material y los métodos de prueba
- 6 Resultados
- 7 Almacenaje

Almacenamiento y retención de los registros y materiales

Los archivos pueden ser diseñados y equipados para el orden y el almacenamiento seguro de los planes de estudio, información no procesada, informes finales, muestras

Los registros, reportes del mantenimiento, calibración de equipos, resumen de evaluaciones de entrenamiento, experiencia y descripciones del trabajo del personal, deberá retenerse por el periodo especificado por las autoridades responsables

Si un laboratorio de prueba o una instalación contratada para archivo sale de las instalaciones y no tiene sucesor legal, el archivo será trasladado a los archivos del que solicita al análisis

1.5 ASPECTOS GENERALES SOBRE ELABORACION DE MANUALES DE LA CALIDAD

Los manuales de la familia IRAM- IACC- ISO E 9000 contiene requisitos para los sistemas de la calidad los cuales pueden ser usados para lograr la interpretación, el desarrollo, la implementación y la aplicación común de la gestión de la calidad y del aseguramiento de la calidad. (12)

La norma IRAM-IACC-ISO E 8402 1994, "Gestión de la calidad y aseguramiento de la calidad - vocabulario" define al manual de la calidad como un documento que expresa la política de la calidad y que describe el sistema de calidad de un organismo

Es importante que los requisitos y el contenido del sistema de la calidad y del manual de la calidad se estructure de acuerdo con la norma a la cual estos intentan satisfacer

Esta norma constituye una guía para la elaboración de tales manuales de la calidad, ajustados a las necesidades específicas del usuario

1.5.1 Documentación de los sistemas de calidad (12)

Describe una jerarquización típica de la documentación de un sistema de la calidad El orden de desarrollo de esta jerarquización en un organismo en particular depende de las circunstancias propias del mismo, generalmente se inicia con el desarrollo de la política y los objetivos de la calidad del organismo (anexo 3)

1.5.2 Procedimientos documentados del sistema de la calidad ⁽¹²⁾

Es la documentación básica utilizada para el planeamiento y la administración de la totalidad de las actividades que tiene efecto sobre la calidad

Es conveniente que describan, hasta el grado de detalle requerido para el control adecuado de las actividades involucradas, las responsabilidades, autoridades e interrelaciones del personal que dirige, realiza, verifica o revisa el trabajo que afecta a la calidad, como se debe realizar las diferentes actividades, la documentación que se debe utilizar y los controles que se deben aplicar

1.5.3 Alcance de los procedimientos ⁽¹²⁾

Es conveniente que cada procedimiento documentado cubra una parte lógicamente responsable del sistema de la calidad, tal como un elemento completo del sistema o una parte de este, o una secuencia de actividades interrelacionadas, ligadas a más de un elemento del sistema de la calidad

Como regla, es conveniente que los procedimientos documentados del sistema de la calidad no entren en detalles puramente técnicos, del tipo de los normalmente documentados en las instrucciones detalladas de trabajo

1.5.4 Manuales de calidad ⁽¹²⁾

Los manuales de la calidad se refieren a los procedimientos documentados del sistema de la calidad, orientados al planeamiento y a la administración de la totalidad de las actividades que, dentro del organismo, tienen efecto sobre la calidad

Conviene que el manual de la calidad cubra todos los elementos aplicables de la norma de sistemas de la calidad, requerido por un organismo

1.5.5 Propósitos de los manuales de la calidad ⁽¹²⁾

- a) Comunicar la política, los procedimientos y los requerimientos de la calidad del organismo
- b) Describir e implementar un sistema efectivo de la calidad
- c) Proporcionar un mejor control de las prácticas y facilitar las actividades de aseguramiento
- d) Proporcionar las bases documentadas para la auditoría de los sistemas de la calidad
- e) Capacitar al personal en los requisitos del sistema de la calidad y en el método de su cumplimiento

1.5.6 Estructura y formato ⁽¹²⁾

No existe una estructura o formato exigidos para un manual de la calidad, conviene relacionar las secciones del manual de la calidad con los elementos de la calidad de la norma de sistemas de calidad

1.5.7 Alternativas de generación de un manual de la calidad (12)

Estas pueden ser:

- a) Una recopilación directa de los procedimientos documentados del sistema de la calidad
- b) Una agrupación o una parte de los procedimientos documentados del sistema de la calidad
- c) Una serie de procedimientos documentados para unidades operativas o aplicaciones específicas
- d) Tener un núcleo común con apéndices adaptados

1.5.8 Aplicaciones especiales de los manuales de la calidad (12)

El término “manual de la calidad” se usa generalmente cuando el mismo manual se emplea tanto para los propósitos de la gestión de la calidad como para los del aseguramiento de la calidad. Este uso es la aplicación más común de un manual de la calidad.

Sin embargo en situaciones donde un organismo cree que se necesita una distinción del contenido o de la utilización, es conveniente que los manuales que describen el mismo sistema de la calidad no entren en conflicto.

1.5.9 Proceso de preparación del manual de la calidad (12)

1.5.9.1 Responsabilidad por la preparación

Después de tomada la decisión de documentar el sistema de la calidad en un manual, es conveniente que el proceso propiamente dicho comience con la asignación de la tarea de coordinación a un cuerpo competente, delegados de la dirección, el cual puede ser un individuo o un grupo de individuos de una o más unidades funcionales.

El cuerpo competente puede tomar las siguientes acciones:

- a) Establecer y elaborar una lista con las políticas, objetivos y procedimientos documentados aplicables del sistema de la calidad, existentes o, en su defecto desarrollar planes para ello
- b) Decidir qué elementos del sistema de la calidad son aplicables de acuerdo con la norma de sistemas de la calidad seleccionada
- c) Solicitar y obtener documentación o referencias adicionales de las unidades operativas
- d) Determinar la estructura y el formato para el manual deseado
- e) Clasificar los documentos existentes de acuerdo con la estructura y el formato deseado
- f) Usar cualquier otro método adecuado dentro del organismo para completar el proyecto del manual de la calidad

1.5.9.2 Uso de referencias (12)

Para evitar un volumen innecesario de documentos, conviene que se incorporen referencias a normas existentes reconocidas o documentos disponibles para el usuario del manual de la calidad.

1.5.9.3 Exactitud e integridad (12)

Conviene que el cuerpo competente delegado sea responsable de asegurar la exactitud y la integridad del proyecto de manual de la calidad

1.5.10 Proceso de aprobación, edición y control del manual de la calidad

1.5.10.1 Revisión final y aprobación (12)

Antes de ser editado, el documento será sometido a una revisión final por parte del personal responsable, para asegurar la calidad, exactitud, adaptabilidad y estructura apropiada.

La puesta en circulación del nuevo manual de la calidad será aprobado por la dirección responsable de su implementación

Conviene que cada copia sustente la evidencia de esta autorización para su puesta en circulación Si la evidencia de la aprobación es retenida, son aceptables métodos electrónicos u otros para la puesta en circulación del manual

1 5.10.2 Incorporación de cambios (12)

Se debe establecer un método para disponer la iniciación, el desarrollo, la revisión, el control y la incorporación de cambios en el manual

Al procesar los cambios se aplicará el mismo proceso de revisión y de aprobación que el utilizado en la elaboración de la revisión original del manual básico

1.5.10.3 Control de la edición y los cambios (12)

Para asegurar que cada manual se mantenga actualizado, es necesario un método que garantice que todos los cambios sean recibidos por el poseedor del manual y sean incorporados en dicho manual

1.5.11 Contenidos de un manual de la calidad (12)

1.5.11.1 Generalidades

Un manual de la calidad contiene normalmente

- a) El título, el objetivo y el campo de aplicación
- b) Índice del contenido
- c) Las paginas preliminares respecto al organismo involucrado y al manual en sí mismo
- d) La política y los objetivos de la calidad del organismo
- e) La descripción de la estructura organizativa, responsabilidades y autoridades
- f) Una descripción de los elementos del sistema de la calidad y referencias a los procedimientos documentados del sistema de la calidad
- g) Una sección de definiciones
- h) Una guía del manual de la calidad
- i) Un apéndice para los datos de apoyo

PARTE II

2. METODOLOGIA

2.1 SELECCIÓN DE PARAMETROS QUIMICOS A SER SOMETIDOS PARA ACREDITAMIENTO

La composición física y química de las aguas se debe a la presencia de muchos compuestos en estado disuelto o coloidal que provienen de diversas fuentes de contaminación Como la erosión de suelos y rocas, reacciones de disolución y precipitación que ocurren bajo la superficie de la tierra. (4)

La composición del agua se ve directamente influenciada por la composición química de las rocas, los océanos, la atmósfera, factores ambientales tales como el clima y efectos bioquímicos asociados con los ciclos de las plantas y animales macro y microscópicos

La calidad del agua se evalúa mediante análisis cuyas técnicas y procedimientos deben ser cuidadosamente desarrollados y evaluados teniendo los niveles de confiabilidad requeridos

Se han seleccionado algunos parámetros fisico-químicos que pueden influir en la calidad del agua pH, sólidos totales, sólidos disueltos, sólidos volátiles, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Oxígeno Disuelto (OD), seleccionados por ser los más representativos, al tratarse de contaminación de los mantos fráticos, para que estos resultados sean exactos y confiables se debe dar importancia a la toma de muestra y preservación de las mismas, así como sus unidades y terminología utilizada

Controlar el estado de salud de los cuerpos hídricos, es de importancia fundamental, ya que frecuentemente las aguas son utilizadas para usos potables y además, su contaminación puede afectar las capas subterráneas subyacentes

Este control puede ser hecho directa o indirectamente en el sentido que se pueden utilizar análisis específicos como los mencionados anteriormente, en los cuales los resultados indican el grado de contaminación presente, cualitativa y cuantitativamente

2.1.1 Características de los parámetros seleccionados

2.1.1.1 Características físicas

Se pueden detectar mediante la medición de propiedades físicas, que son las que impresionan a los sentidos (vista, olfato, etc) los cuales tienen incidencia sobre las condiciones estéticas del agua (4)

Entre estos tenemos Ph, sólidos Disueltos, Volátiles, Totales

2.1.1.2 Características químicas

Si se considera el agua como el solvente universal esta puede tener cualquiera de los elementos de la tabla periódica, sin embargo son pocos los que son significativos con

relación a su presencia en el agua y los efectos que estos pueden producir durante los procesos de tratamiento y en general en la salud humana (4)

Encontrándose entre estos Demanda Química de Oxígeno (DQO), Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) y Oxígeno Disuelto (OD)

2.1.2 Referencias de los parámetros seleccionados

2.1.2.1 pH

El control del pH del agua es importante en los procesos de tratamiento e influyen en fenómenos como la corrosión, pero no tiene efecto directo sobre la salud, aunque sí afecta procesos importantes como la desinfección con cloro y se le asocia a fenómenos tanto de corrosión como de incrustación de las redes de distribución (17)

Este parámetro también es importante porque afecta los procesos vitales como por ejemplo la fotosíntesis, que necesita para su desarrollo rangos bien determinados de pH (de 7 a 8.5)

El índice de acidez o basicidad del agua es definido como el logaritmo común negativo de la concentración de los iones de hidrógeno

$$\text{pH} = \log \frac{1}{[\text{H}^+]} = -\log [\text{H}^+]$$

El pH tiene un valor entre 0 y 14

Normalmente el pH es determinado in situ mediante un potenciómetro que posee un regulador de compensación para referir el valor mismo a 20 °C

Cuando se necesita una menor precisión se puede utilizar tiras de papel litmus o de tornasol, que cambian color según el valor de pH que son después comprobados con un patrón o mediante kits colorimétricos

Se entiende que el factor pH no es tan importante desde el punto de vista de salud como lo es el de la economía y por ser de fácil control el pH en las aguas tanto crudas como tratadas pueden estar entre 5 y 9

2.1.2.2 Sólidos totales

Los sólidos o residuos son aquellos que se obtienen como materia residual remanente después de evaporar y secar una muestra de agua a una temperatura dada. El residuo material sólido remanente representa aquella fracción del material presente en la muestra que tiene una presión de vapor muy baja a dicha temperatura (103-105 °C). Según el tipo de asociación con el agua, los sólidos pueden encontrarse suspendidos o disueltos. Según sus características y comportamiento, los sólidos pueden presentarse en tres estados que corresponde a tamaños progresivamente menores: suspensión, coloidal y disolución.

El residuo de sólidos totales corresponde al residuo remanente después de secar una muestra, que es la suma de residuo disuelto y suspendido (17)

2 1 2 3 Sólidos Disueltos

Los sólidos disueltos son todos los sólidos que se obtienen después de evaporación de una muestra previamente filtrada. Comprende sólidos en solución verdadera y sólidos en estado coloidal no retenidos en la filtración, ambos en partículas inferiores a 1 micrón (17)

2 1 2 4 Sólidos Volátiles

Son aquellos sólidos presentes en un agua residual y que se volatilizan por calcinación a 550°C (17)

El material restante que no se volatiliza se define como sólido fijo

La diferencia de sólidos fijos en relación a los sólidos totales da como resultado los sólidos volátiles. La gran mayoría de sólidos volátiles son material orgánico y la mayoría de los sólidos fijos son material inorgánico

2.1.2.5 Demanda Química de oxígeno. (DQO)

Esta representa la cantidad de un oxidante (dicromato de potasio $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) que se añade a la muestra de agua y que es consumida por parte de las sustancias orgánicas e inorgánicas presentes (17)

Mediante esta reacción son oxidadas las sales minerales oxidables y la mayor parte de los compuestos orgánicos, mientras que los hidrocarburos minerales resisten a esta oxidación

El tiempo necesario para llevar a cabo este análisis es de 4 horas y se debe mantener una temperatura de 27°C (17)

Este método no permite hacer una distinción entre las sustancias biodegradables y las que no son, pero tiene la ventaja de ser un análisis fácilmente ejecutable y nos entrega la cantidad exacta del consumo teórico de oxígeno necesario para la oxidación de todas las sustancias orgánicas e inorgánicas presentes en la muestra

El valor de la Demanda Química de Oxígeno es expresado en mg/L de oxígeno

2.1.2.6 Oxígeno Disuelto (OD)

Este parámetro es uno de los más importantes. Por cuanto el oxígeno es un elemento indispensable para la vida animal y vegetal presente en cada cuerpo hídrico (17)

De hecho cada especie animal que vive en el agua a una determinada temperatura, tiene un nivel mínimo de oxígeno para sobrevivir

El porcentaje de saturación es el contenido de oxígeno realmente disuelto en un agua respecto al valor máximo que el agua puede tener a las mismas condiciones de presión y

temperatura El valor máximo de saturación evidentemente se alcanza cuando el porcentaje de saturación llega a 100 Este se expresa así

$$\% \text{ de saturación} = \frac{O_2}{O_2 \text{ max}} \times 100$$

Cuando este valor es menor al 60%, el agua no es apta para la vida animal y vegetal, si es menor al 75%, tenemos situaciones de contaminación relevante, si es mayor al 90% tenemos un agua en excelentes condiciones

La relación existente entre el contenido de oxígeno y la salud de un cuerpo hídrico esta en el hecho que los contaminantes que llegan consumen el oxígeno presente, ya sea para descomponer las sustancias orgánicas, mediante la acción de las bacterias o para oxidar las sustancias inorgánicas

La medición de este parámetro se efectua in situ, inmediatamente después de la toma de muestras o en el cuerpo hídrico para evitar que condiciones inadecuadas de transporte varíen la cantidad del oxígeno disuelto Para su determinación se utiliza un instrumento basado en el principio polarografico, que consiste en la medición de la corriente que pasa por la presencia de oxígeno entre dos electrodos Este valor es proporcional a su concentración y se expresa en mg/L de oxígeno

| Solubilidad del oxígeno en el agua destilada en equilibrio con aire atmosférico a 1 atmósfera de presión (760 mm Hg) | |
|--|--------------------|
| Temperatura (°C) | Solubilidad (mg/L) |
| 0 | 14.2 |
| 5 | 12.4 |
| 10 | 10.9 |
| 20 | 8.8 |
| 40 | 6.6 |
| 60 | 4.8 |
| 80 | 2.9 |
| 100 | 0 |

2.1.2.7 Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO₅)

Esta sigla significa "Demanda Bioquímica de Oxígeno a 5 días" y representa el consumo de O₂ en mg/L en la reacción de oxidación de las sustancias orgánicas degradables presentes en el agua, realizadas por microorganismos aerobios, en 5 días Todo esto según su procedimiento estándar (17)

Este parámetro no representa toda la cantidad de oxígeno necesaria para estabilizar las sustancias orgánicas, sino más o menos el 70% de la Última Demanda de Oxígeno (UOD)

Por estas razones este análisis no puede ser representativo Pero es el único, que siendo un análisis de tipo biológico, reproduce lo que sucede en un cuerpo hídrico contaminado Cabe mencionar que, teóricamente, es requerido un tiempo infinito para completar los procesos de oxidación de la materia orgánica, pero para fines prácticos, la reacción puede ser considerada completa a los 20 días Pero este es un período muy largo para esperar los resultados y consecuentemente la prueba ha sido desarrollada a un período de incubación de 5 días, fundamentándose por la experiencia que un porcentaje razonablemente largo del total de DBO (más o menos el 70%) es extraído en este período

2.2 REVISIÓN DE BIBLIOGRAFÍA INTERNACIONAL CERTIFICADA, EN RELACIÓN A LA METODOLOGÍA ANALÍTICA DE LOS PARÁMETROS SELECCIONADOS.

Al seleccionarse un método de análisis debe tomarse en cuenta que estos sean prácticos y confiables, siendo que la confiabilidad esta definida como precisión y exactitud También debe tomarse en cuenta la validación de este, ya que es sinónimo de confiabilidad Además es importante en concepto de precisión y exactitud, donde la “exactitud” es uno de los requerimientos del método analítico que supone una comparación con un valor verdadero o aceptado como tal Él termino “precisión” se usa para describir la reproductibilidad de los resultados, puede definirse como la similitud, que existe entre los valores numéricos de dos o más mediciones que se han obtenido de idéntica forma (17)

Los métodos descritos a continuación, son métodos especificados en bibliografía oficial tales como “Asociación Oficial de Química Analítica (AOAC), (2), Asociación Americana de Salud Publica (APHA), (1), Manual Merck de Análisis de Agua (10) y según los manuales de OPS/OMS, CEPIS, (5)

2.2.1 Metodologías analíticas

2.2.1.1 Determinación de pH

Parámetro: pH

Metodología: OPS/OMS CEPIS 1995

Método: potenciométrico

Materiales

Toalla de papel suave

Termómetro

Vasos de precipitación de 50 0 y 100 0 mL

Reactivos

Soluciones amortiguadoras patrón (ver Manual de Procedimientos Simplificados pág 5)

Solución amortiguadora de Biftalato de potasio, pH 4 01 a 25 °C

Solución amortiguadora de fosfato de potasio monobásico con fosfato de sodio dibásico, pH 6 86 a 25 °C

Solución amortiguadora de borato de sodio, pH 9 18 a 25 °C

Agua destilada libre de CO₂

Equipo

Medidor de pH

Fundamento del método

Se basa en la medición de la actividad de los iones hidrogeno por el método potenciométrico, utilizando un electrodo sensor y un electrodo de referencia que se conectan a un voltímetro capaz de registrar el voltaje (fuerza electromotriz) de los electrodos de alta resistencia

Procedimiento

- 1 Encienda el instrumento y proceda a su calibración
- 2 Enjuague los electrodos con la solución amortiguadora patrón para calibrar el aparato y reemplazar el vaso de precipitado de la solución amortiguadora con un vaso de precipitado para residuos (aguas de lavado)
- 3 Enjuague los electrodos con agua destilada y se secan Se enjuagan también con una pequeña cantidad de la muestra de agua, si se dispone de ella en cantidad suficiente Se saca el vaso de precipitado para residuos y agregar cada residuo
- 4 Llenar el vaso de precipitado limpio con el volumen adecuado de la muestra de agua
- 5 Sumergir los electrodos en la muestra de agua hasta que las áreas sensoras del electrodo estén sumergidas por completo y libre de burbujas de aire adheridas o atrapadas
- 6 Leer la temperatura de la muestra de agua
- 7 Ajustar el dial de temperatura de la muestra de agua
- 8 Encienda el medidor de pH
- 9 Lea el pH de la muestra de agua directamente en la escala. Se asegura de que la aguja haya alcanzado estabilidad y que los ojos del analista estén enfocados correctamente sobre la escala

- 10 Volver el instrumento a la posición de reposo
- 11 Repetir los pasos del 2 al 10, cuando se vaya a determinar muestras de aguas adicionales

Parámetro: pH

Metodología: AOAC (Official Methods of Analysis) 14 y 16 edition 1984-1995 (Métodos Oficiales de Análisis)

Método: Potenciométrico

Reactivos

Solución buffer de tetraoxalato de potasio, 0 0496 M, 0 05 m

Solución buffer de tartrato de potasio e hidrógeno, solución saturada a 25^o, 0 034 M

Solución buffer ácida de ftalato de potasio, 0 0496 M, 0 05 m

Solución buffer de fosfato, 0 008663 M, 0 008695 m KH_2PO_4 y 0 03030 M, 0 03043 m Na_2HPO_4

Solución buffer de bórax, 0 00996 M, 0 01 m

Solución buffer de carbonato – bicarbonato de sodio 0 0249 M, 0 025 m

Solución buffer de fosfato, 0 0249M, 0 025m

Solución buffer de hidróxido de calcio, solución saturada a 25 °C, 0 02025M

Equipo

pHmetro (operar de acuerdo a las instrucciones de fabricación)

Fundamento del método

El pH es aceptado como una medida de alcalinidad o acidez, que es determinado por el cambio en el potencial en electrodos saturados de vidrio – calomel que es medido comercialmente con aparatos estandarizados en contraste con una solución buffer cuyo pH es estimado y asignado por la Agencia Nacional de Normas (NBS) El pH más natural del agua cae entre 4-9, la mayoría de aguas son suavemente básicas desde la presencia de sistemas $\text{CO}_3 - \text{HCO}_3$

Procedimiento

Los electrodos completamente húmedos y preparados en conformidad con las instrucciones del fabricante El instrumento es estandarizado con buffers estándar con pH cerca de la muestra y con otros 2 para chequear linealmente la respuesta de los electrodos

Parámetro pH

Metodología: APHA (Standard Methods of Water and Wastewater) 19th edition, 1995

Método: Electrométrico

Materiales

Vaso de precipitado de polietileno o tetrafluoretileno

Agitador magnético (barra cubierta de tetrafluoretileno) o agitador mecánico (impulsor cubierto de plástico inerte)

Reactivos

Solución estándar buffer pH conocido

Solución saturada de tartrato hidrógeno potásico (5 a 10 g de cristales)

Solución saturada de hidróxido de calcio

Soluciones auxiliares NaOH 0.1 N, HCL 0.1 N, HCL 5 N

Solución ácida de fluoruro de potasio (2 g de KF + 2 mL de H₂SO₄ conc/1L en agua destilada)

Equipos

pHmetro, consta de un potenciómetro, un electrodo de vidrio y un electrodo de referencia

Cámara de flujo corriente

Fundamento del método

El método potenciométrico del pH es determinado por la medición de la actividad de los iones hidrógeno a través de una medición potenciométrica usando un electrodo de hidrógeno y uno de referencia. Debido a la dificultad de uso y potencial del electrodo de hidrógeno, el que más se utiliza comúnmente es el electrodo de vidrio. El pH es utilizado en la alcalinidad, acidez, mediciones del dióxido de carbono y muchos otros equilibrios ácido-base. La intensidad de una temperatura dada de la acidez o carácter básico de una solución está indicada por el pH o por la actividad del ion hidrógeno.

Procedimiento

- 1 Establecer el equilibrio entre los electrodos y la muestra, agitando la muestra para asegurar su homogeneidad
- 2 Agitar suavemente hasta minimizar el dióxido de carbono para las muestras buffers de fuerza iónica alta
- 3 Acomodar los electrodos después de limpiarlos por inmersión de estos dentro de la muestra, por un minuto, y leer el pH
- 4 Con las soluciones buffers, equilibrar los electrodos por inmersión en 3 o 4 porciones sucesivamente de la muestra
- 5 Tomar una muestra fresca para la medición de pH

Precisión o tendencia

Un pHmetro con buenos electrodos, tiene una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una exactitud de ± 0.05 unidades de pH. Sin embargo, ± 0.1 unidades de pH representan el

limite exacto, bajo condiciones normales, especialmente para mediciones de agua y soluciones buffers pobres. Por esta razón, reportar valores de pH cerca de 0.1 unidades.

2.2.1.2 Determinación de sólidos

2.2.1 2.1 Sólidos totales

Metodología: OPS/OMS CEPIS 1995

Materiales

Cápsulas de evaporación de porcelana de 100 0 mL de capacidad

Baño de agua

Bureta de 50 0 mL

Equipo

Mufla para operar a 550 ± 50 °C

Horno de secado con control termostático con variación de temperatura de ± 1 °

Desecador, provisto con un desecante con indicador de calor

Balanza analítica de 200 g de capacidad y sensibilidad de ± 0.1 mg

Fundamento

Es el termino aplicado al material dejado en el plato de porcelana después de evaporar la muestra y el subsiguiente secado en una estufa a una temperatura definida. El residuo total incluye al residuo filtrable, la porción de residuo total que pasa a través del filtro.

Los sólidos totales corresponden al residuo remanente después de secar una muestra de agua servida. Corresponde a la suma del residuo filtrable y no filtrable.

El total de las aguas con alto contenido de materia orgánica se determina a 103-105°C

Procedimiento

- 1 Calcinar la cápsula de porcelana a 500 ± 50 °C, durante una hora en una mufla
- 2 Enfriar, desecar, pesar y almacenar para utilizarla
- 3 Transferir la muestra medida de 50 0 mL a la cápsula preparada y se evapora a sequedad en el baño de vapor de agua. También puede utilizarse un horno desecador. Cuando se evapora en horno desecador, la temperatura deberá ser baja, aproximadamente 98 °C para evitar que hierva y salpique la muestra.
- 4 Secar la muestra evaporada por lo menos una hora a 103 – 105 °C
- 5 Enfriar la cápsula en un desecador y pesar
- 6 Repetir el ciclo de secado de 103 – 105 °C, enfriando, desecando y pesando hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4% del peso anterior, o 0.5 mg, el cual siempre es menor.

Cálculos

$$\text{Residuo Total mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde

A= Peso de la muestra + cápsula

B= Peso de la cápsula

Parámetro: Sólidos Totales y Disueltos (en solución)

Metodología: AOAC (Official Methods of Analysis) 14 y 16 edition 1984 - 1995

Materiales

Bureta de 50 0 mL

Plato de platino previamente pesado (de 473 0 mL)

Equipos

Horno que opera a 100 °C

Balanza analítica

Procedimiento

a) Sólidos totales

Agitar fuertemente la muestra, y medir 100 0 mL de la muestra no filtrada dentro de un plato de platino previamente pesado. Si la muestra contiene mucha materia suspendida, verter rápidamente en un frasco graduado de 100 0 mL, inmediatamente transferir al plato de platino pesado y evaporar a sequedad y calentar hasta peso constante a 100 °C

b) Sólidos en solución

Dejar la muestra verticalmente hasta que todo el sedimento se fije y filtrar si es necesario para asegurar perfectamente un líquido claro. Evaporar 100 0 – 250 0 mL a sequedad en un plato de platino pesado y calentar hasta peso constante a 100 °C

Parámetro Sólidos Totales**Metodología:** APHA (Standard methods of water and wastewater), 19th edition 1995**Método:** Sólidos totales secados a 103 – 105 °C**Materiales**

Platos para evaporación platos de 100 0 mL de capacidad, hechos de uno de los siguientes materiales

- 1 Porcelana, de 90 mm de diametro
 - 2 Platino, generalmente es más satisfactorio
 - 3 Vidrios o vasos de sílica altos
- Baño de vapor
Pipetas volumetricas

Equipo

Mufla, cuyo horno opere a 550 °C

Desecador, provisto con un desecante, conteniendo un color indicador de la concentración de humedad o un indicador instrumental

Horno de secado, con capacidad de peso hasta 0 1 mg

Agitador magnético con tetrafluoretileno en la barra del agitador

Fundamento

Una muestra bien mezclada es evaporada en un plato pesado y secado a peso constante en un horno a 103-105 °C el incremento del peso sobre el plato vacío, representa los sólidos totales

Procedimiento**A. Preparación de los platos de evaporación**

Si se van a medir sólidos volátiles, limpiar un plato evaporandolo a 550 °C por una hora en el horno de una mufla

Si solamente el total de los sólidos son medidos, limpiar y calentar el plato a 103 – 105 °C por 1 hora, guardar y enfriar el plato en un desecador hasta que sea necesario Pesar inmediatamente antes de usarlo

B. Análisis de la muestra

- 1 seleccionar un volumen de muestra que pueda producir un residuo entre 10 0 y 200 0 mg
Cuando el total de los sólidos sea muy bajo (menor a 10 0 mg/L), menos residuo puede ser recolectado, compensandose por el uso de una balanza altamente sensible (0 002 mg)
- 2 Pipetear una cantidad de volumen de la muestra bien mezclada para colocarla en un plato y evaporarla hasta sequedad en un baño de vapor o en un horno hasta sequedad
Agitar la muestra, con un agitador magnético durante la transferencia
Si es necesario, adicionar porciones sucesivas de la muestra en el mismo plato, después de la evaporación

- 3 Cuando se de la evaporación, el horno debe estar a la temperatura mas baja de aproximadamente 2 °C abajo del punto de ebullición
- 4 Secar , evaporando la muestra, como mínimo 1 hora en un horno a 103 – 105 °C
- 5 Enfriar el plato en un desecador para balancear la temperatura y pesar
- 6 Repetir el ciclo de secado, enfriamiento, desecación y pesada, hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio del peso sea menor que el 4% del peso previo (0.5 mg), cualquiera que sea menor

Cuando se pesa la muestra desecada, este alerta al cambio del peso, debido a la exposición del aire y/o la degradación de la muestra

El duplicado de las determinaciones debe concordar dentro del 5% de su promedio

Cálculos

$$\text{Sólidos Totales mg/L} = \frac{(A - B) \times 100}{\text{mL de Muestra}}$$

Donde

A= peso del residuo seco + plato (mg)

B= peso del plato, (mg)

Precisión

En un laboratorio sencillo, los análisis duplicados de 41 muestras de agua y aguas de desecho, fueron hechas con una desviación estandar, con una diferencia de 6.0 mg/L

Parámetro: Sólidos Totales

Metodología: Manual MERCK 9 ed

Materiales

Cápsula de platino

Baño de agua o de aire

Bureta de 50 0 mL

Equipo

Estufa

Balanza analítica

Desecador

Fundamento

Con este parámetro se determina la cantidad de sustancias disueltas y no disueltas no volátiles contenidos en el agua

Procedimiento

1 Agitar bien 100 0 mL del agua y evaporarla a sequedad sin filtrarla, en una cápsula de platino calcinada y tarada mediante un evaporador superficial, baño de aire o baño de agua

2 Secar el residuo en la estufa a 110 °C hasta peso constante, enfriar en el desecador y luego pesar

Si queda un residuo seco inferior a 20 0 mg/L, entonces repetir la determinación con un volumen de agua mayor

2.2.1.2.2 Sólidos Disueltos

Metodología: OPS/OMS CEPIS, 1995

Materiales

Embudo

Filtros whatman 0 45 µm

Cápsula de porcelana de 50 0 mL

Probeta de 50 0 mL

Equipo

Estufa a 105 °C

Balanza

Fundamento

Los sólidos disueltos son todos los sólidos que se obtienen después de evaporación de una muestra previamente filtrada. Comprende sólidos en estado coloidal no retenidos en la filtración, ambos con partículas inferiores a 1 micrón.

Consiste en la separación de las partículas sólidas por filtración a través de una membrana de 0 45 micrómetros. En el filtrado se encuentran los sólidos disueltos los que se llevan a residuo seco a 105 °C.

Procedimiento

- 1 Medir 50 0 mL de la muestra
- 2 Llevar la muestra a filtración al vacío en un filtro de 0 45 µm
- 3 Secar el filtrado a 103 – 105 °C y pesar
- 4 El filtrado de la muestra colocarlo en una cápsula pre-pesada
- 5 Evaporar y secar a 103 – 105 °C
- 6 Realizar la pesada final de cápsula + muestra (peso constante)

Cálculos

$$\text{sólidos disueltos mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

donde

A= cápsula + muestra

B= cápsula vacía

Parámetro: Sólidos Disueltos

Metodología : APHA (Estándar methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: Total de sólidos disueltos secados a 180 °C

Materiales

Platos para evaporación platos de 100 0 mL de capacidad, hechos de uno de los siguientes materiales

- 1 Porcelana, de 90 mm de diámetro
- 2 Platino, generalmente es más satisfactorio
- 3 Cristalería de alta silica

Baño de vapor

Pipetas volumetricas

Discos de vidrio con filtros de fibra

Embudo con filtro de membrana

Crisol Gooch con capacidad de 25 0 – 40 0 mL, con adaptador

Frasco o matraz de succión de tamaño seleccionado

Equipo

Aparato de filtración, apropiado para seleccionar el filtro del disco Dicho aparato debe tener un fondo y grosor (40 – 60 µm)

Horno desecador para operar a 180 ± 2 °C

Mufla, cuyo horno opere a 550 °C

Balanza analítica con capacidad hasta 0 1 mg

Agitador magnético con tetrafluoretileno en la barra del agitador

Desecador, provisto de un desecante, conteniendo un color indicador de la concentración de la humedad o un indicador instrumental

Fundamento

Una muestra bien mezclada es filtrada a través de un estandar con filtro de fibra de vidrio, y el filtrado es evaporado hasta sequedad en un plato previamente pesado y secado a peso constante a 180 °C El incremento en peso del plato representa los sólidos totales disueltos Este procedimiento puede ser usado para secar a otras temperaturas

Procedimiento

1. Preparación de los discos de filtros de fibra

Insertar el disco con la cara dentro del aparato de filtración, aplicar vacío y lavar el disco con tres volúmenes sucesivos de 20 0 mL de agua grado reactivo

Continúe la succión para remover todas las trazas de agua Descartar los lavados

2. Preparación del plato de evaporación

Si son sólidos volátiles, estos deben ser medidos, limpiar el plato, evaporar a 550 °C por una hora en el horno de una mufla

Si el total de los sólidos son medidos, calentar el plato a 180 ± 2 °C por una hora en un horno

Guardarlo en un desecador bajo el tiempo necesario Pesar inmediatamente antes de usarlo

3. Selección de filtro y tamaño de la muestra

Seleccionar el volumen de la muestra para producir entre 10 0 y 200 0 mg de residuo seco Si se requiere mas de 10 minutos para completar la filtración, incrementar el tamaño del filtro o disminuir el volumen de la muestra

4. Análisis de la muestra

Mover la muestra con un agitador magnético y pipetear una cantidad de volumen dentro de un filtro de fibra de vidrio con aplicador al vacío

Lavar con tres volúmenes sucesivos de 10 0 mL de agua grado reactivo, permitiendo una desecación completa entre los lavados y continuar la succión cerca de 3 minutos después que la filtración sea completa

Transferir el filtrado total (con lavados) a un plato previamente pesado y evaporarlo sobre un baño de vapor hasta sequedad en un horno desecador Si es necesario, adicionar porciones sucesivas al mismo plato, después de la evaporación Secar la muestra, evaporandola por un tiempo no menor a 1 hora en un horno a 180 ± 2 °C, enfriar en un desecador a una temperatura balanceada y pesar Repetir el ciclo, secando, enfriando, desecando y pesando hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio en el peso es menor que 4% del peso previo a 0 5 mg, o cualquiera que sea menor El duplicado de las determinaciones debe coincidir dentro del 5% de sus promedios

Cálculos

$$\text{Sólidos Totales Disueltos mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde

A= peso del residuo seco + plato (mg)

B= peso del plato, mg

Precisión

Los análisis de un laboratorio sencillo de 77 muestras de 293 conocidas (mg/L), fueron hechos con una desviación estandar de diferencia de 21 20 mg/L

2.2.1.2.3 Sólidos volátiles

Metodología: OPS/OMS CEPIS, 1995

Materiales

Cápsula de evaporación de porcelana de 100 0 mL de la capacidad

Baño de agua

Papel filtro whatman 934 AHO

Equipo

Mufla para operar a 550 ± 50 °C

Horno de secado con control de termostato con variación de temperatura de ± 1 °C

Desecador, provisto con un desecante indicador de color

Balanza analítica de 200 0 g de capacidad y sensibilidad de ± 0.1 mg

Fundamento

Los sólidos volátiles son aquellos sólidos presentes en un agua residual y que se volatilizan por calcinación a 550 °C

Procedimiento

- 1 Calcinar el residuo producido a peso constante en un horno de mufla a una temperatura de 550 ± 50 °C
- 2 Alcanzada la temperatura antes indicada, mantenerla por 15 o 20 minutos
- 3 Mantener la cápsula de porcelana al aire hasta conseguir que se enfríe parcialmente y se transfiera al desecador para su enfriamiento final en un ambiente seco
- 4 No recargar el desecador
- 5 Pesar la cápsula tan rápido como se enfríe completamente
- 6 Reportar la pérdida de peso en la calcinación como el residuo total volátil

Cálculos:

$$\text{Residuo Volátil mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

donde

A= peso del residuo + cápsula antes de ignición, mg

B= peso del residuo + cápsula después de ignición, mg

Parámetro: Sólidos Volátiles

Metodología: APHA (Standard, methods of water and wastewater) 19th edition 1995

Método: Sólidos volátiles (ignición a 550 °C)

Materiales

Platos de aluminio pesados

Pipetas de diámetro ancho

Disco de vidrio con filtros de fibra

Embudo con filtro de membrana

Crisol Gooch con capacidad de 25 0 – 40 0 ml con adaptador

Frasco o matraz de succión de suficiente capacidad, para muestras de tamaño seleccionado

Equipo:

Mufla cuyo horno opere a 550 °C

Desecador, provisto de un desecante, conteniendo un color indicador de la concentración de humedad

Horno de secado para operar a 103 – 105 °C

Balanza analítica con capacidad de peso hasta 0 1 mg

Agitador magnético con tetrafluoretileno en la barra del agitador

Aparato de filtración, apropiado para seleccionar el filtro del disco, con fondo y grosor (40 – 60 µm)

Fundamento

El residuo del método (de los sólidos totales secados a 103 –105 °C ó el residuo total de los sólidos disueltos, secados a 180 °C), es quemado hasta peso constante a 550 °C

El sólido remanente representa los sólidos fijos totales, disueltos o sólidos suspendidos, el peso perdido en la ignición, están los sólidos volátiles

La determinación es utilizada en el control del tratamiento de aguas de desecho, y se realiza una aproximación de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida de aguas de desechos, activando los sedimentos y desechos industriales

Procedimiento

El residuo de la ignición es producido por los sólidos totales o los sólidos disueltos a peso constante en el horno de una mufla a una temperatura de 550 °C se debe tener el horno a una temperatura alta antes de colocar la muestra Usualmente se requiere de 15 a 20 minutos de ignición para obtener 200 0 mg de residuo

Sin embargo, mas de una muestra y/o residuos gruesos, posiblemente necesita mayor tiempo de ignición

Dejar que el plato o disco del filtro se enfríe parcialmente en el aire, hasta que la mayor parte del color haya sido disipado

Transferir a un desecador para un enfriamiento final, en una atmósfera seca. No se debe sobrecargar el desecador

Pesar el plato, lo mas pronto posible cuando se haya enfriado a una temperatura balanceada

Repetir el ciclo de ignición, enfriamiento, desecación y pesado hasta obtener un peso constante o hasta que el cambio del peso que sea menor que el 4% o 0.5 mg, cualquiera que sea menor

El duplicado de las determinaciones debería concordar dentro del 5% de su promedio

Cálculos

$$\text{Sólido Volátiles mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de la muestra}}$$

Donde

A= peso de residuo (mg) + peso del plato antes de la ignición

B= peso de residuo + plato o filtro después de la ignición, mg

Precisión

La desviación estándar fue de 11.0 mg/L a 170.0 mg/L del total de los sólidos volátiles, en un estudio resultado por tres laboratorios en cuatro muestras y 10 duplicados. La tendencia de los datos en las muestras actuales no pudo ser obtenida

2.2 1.3. Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Metodología: OPS/OMS CEPIS, 1995

Materiales:

Botellas de incubación de DBO de 300 0 mL de capacidad con tapa de vidrio y boca especial para sello de agua para prevenir la entrada de aire durante la incubación

Botella de 20 0 litros de capacidad para el agua de dilución

crystalería para los reactivos

Material necesario para determinación de OD

Reactivos: (ver Manual de Procedimientos Simplificados pág 26)

Agua destilada, no debe contener mas de 0 01 mg/ L de cobre y debe estar libre de cloro, cloraminas, alcalinidad cáustica, materia orgánica o ácidos

Solución amortiguadora (pH 7 2)

Solución de sulfato de magnesio

Solución de cloruro de calcio

Solución de cloruro férrico

Soluciones ácidas y alcalina

Solución de sulfito de sodio 0 025 N

Semilla

Fundamento

Es una prueba empírica, en el cual se usa un procedimiento estandarizado para determinar los requerimientos de oxígeno para una población microbiana heterogenea y en donde se establece la materia orgánica biodegradable presente en un agua residual, afluentes y aguas poluidas La DBO representa una medida indirecta de la concentración de materia orgánica e inorgánica degradable o transformable biológicamente

Procedimiento

1. Agua de dilución

Se almacena el agua destilada en una botella suficientemente grande que tiene una entrada de aire de una fuente de aire comprimido para mantener el agua saturada de OD La temperatura de esta agua debe ser de $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1$, se une el volumen de agua destilada deseada en una botella adecuada y se adiciona 1 0 mL de cada una de las siguientes soluciones

- a) solución amortiguadora
- b) solución de sulfato de magnesio
- c) solución de cloruro férrico
- d) solución de cloruro de calcio

2. Si el agua es de residuos domésticos, no es necesario agregar semilla

3. Pretratamiento

Segun el pH de las muestras, se neutralizan apróximadamente pH 7 con H₂SO₄ 1N o NaOH 1N. Las muestras que tienen cloro residual se deben dejar en reposo por una o dos horas para que este elemento se disipe.

4. Las muestras con baja Demanda Bioquímica de Oxígeno y DQO pueden incrementar el valor inicial de Oxígeno Disuelto o mas que el requerido por la Demanda Bioquímica de Oxígeno, haciendo burbujear aire a través de un tubo de difusión dentro de la muestra por cinco minutos o hasta que el Oxígeno Disuelto sea de por lo menos 7.0 mg/L.

Las muestras que contienen mas de 9.0 mg/L de OD a 20 °C pueden ser encontradas en el verano o en donde hay una activa reproducción de algas. Para prevenir la pérdida de OD durante la incubación, se reduce el OD a saturación llevando la muestra a 20 °C y llenando una botella parcialmente con agitación vigorosa o por aeración con aire de una compresora.

5. Técnicas de dilución

Para obtener los consumos de OD requeridos, se hacen varias diluciones que a continuación se sugieren:

0.1 – 1.0 %
 1.0 – 5.0 %
 5.0 – 25 %
 25 – 100 %

Se pueden hacer estas diluciones en las mismas botellas de DBO, usando las cantidades adecuadas de muestras, mediante pipetas volumétricas y agua de dilución, tomando siempre la botella de la misma dilución por duplicado, una para la incubación y otra para la determinación inicial de OD. El llenado debe ser suficiente para cerrar y no permitir entrada de burbujas de aire. Se cierra herméticamente usando sello de agua y tapas especiales para evitar la evaporación del agua del sellado y luego se incuba esta muestra por cinco días a 20 °C.

Se hace diluciones mayores que 1.0 a 100.0 mediante dilución de las aguas residuales en frascos volumétricos antes de adicionarlos a las botellas de DBO para su dilución final.

6 Determinación de Oxígeno Disuelto (OD) (5)

Si la muestra representa 1% o más de la más baja dilución de DBO, se determina el OD en la muestra sin diluir. Esta determinación se suele omitir en aguas residuales cuyo contenido de OD es normalmente cero (5).

Con muestras que tienen una demanda inmediata de oxígeno se determina el OD inicial, efectuando la medida en un tiempo tal que represente el vertimiento de las aguas residuales en un cuerpo receptor.

7 Incubación

Se incuba el agua de dilución del testigo y las muestras diluidas por cinco días en un cuarto oscuro a 20 °C. Luego se determina el OD en las muestras incubadas y el testigo, usando el método de winkler, modificación de la azida o electrodo para medición de OD. Las diluciones que muestran un OD residual de menos de 1.0 mg/L y deflexión de menos de 2.0 mg/L no son dignas de confianza.

8 Control de agua de dilución

Se llenan dos botellas de DBO con agua de dilución, se tapa y sella con agua uno de estos para incubación. Se determina el OD antes de la incubación en la otra botella. Se usa los resultados de OD en estas dos botellas como un chequeo preliminar en la calidad del agua de dilución (sin inóculo). No se debe usar la deflexión obtenida como testigo de corrección, esto no debe ser más de 0.2 mg/L y preferiblemente no más de 0.1 mg/L.

Cálculos

D_0 = OD del agua de dilución original

D_1 = OD de la muestra diluida 15 minutos después de la preparación

D_2 = OD de la muestra diluida después de la incubación

S = OD de la muestra original no diluida

D_c = OD en la muestra diluida en un tiempo cero

= $D_{op} + SP$

p = fracción decimal del agua de dilución usada

P = fracción decimal de la muestra usada

$$DBO \text{ mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

La fórmula ha sido considerada para una prueba que no necesita semilla. Si el agua de dilución no es satisfactoria es difícil hacer las correcciones y los resultados son cuestionables.

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Metodología: AOAC (official methods of analysis) 14 y 16 Edition, 1984- 1995

Método: Incubación , métodos oficiales de análisis

Materiales

Botella de incubación (250 0 o 300 0 mL con tapones de vidrio)

Reactivos

Agua bidesmineralizada obtenida del agua destilada (≤ 0.01 mg Cu/L)

Solución de cloruro de calcio 27.5 g/L CaCl_2 anhidro

Solución de cloruro férrico 0.25 g/L $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Solución de sulfato de magnesio 22.5 g/L $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$

Solución buffer fosfato pH 7.2

Materiales de siembra

Solución de hidróxido de sodio 50 g/L NaOH

Solución de sulfito de sodio 1.575 g/L Na_2SO_3 (preparación reciente)

Equipo

Incubador aire o baño de agua, mantenido a $20 \pm 1^\circ\text{C}$, fuera de la luz

Fundamento

La muestra es incubada por 5 días a 20°C en presencia de un sistema biológico aclimatado. Comparando el oxígeno que contiene la muestra al comenzar y terminar la incubación en la medición de DBO. El método es aplicado para muestras de desechos domésticos, crudos o tratados, aguas industriales y desechos de aguas industriales. Siguiendo con los tipos de materiales que contengan demanda de oxígeno:

- 1) Materiales orgánicos usados para alimentos de organismos aerobios (demanda del DBO de muchas aguas residuales)
- 2) El nitrógeno oxidable de los nitritos NH_3 y compuestos orgánicos de nitrógeno que sirvan como alimento para bacterias específicas
- 3) Materiales químicamente oxidables (ej Fe^{+2} , S^{-2} , SO_3^{-2})

Procedimiento

a) Preparación del agua de dilución

El agua almacenada (que contenga ≤ 0.01 mg/L de Cu, obtenida por una doble desmineralización del agua destilada o un sistema de destilación todo de vidrio o Estañado-lineal. Las botellas tapadas con suficiente algodón hasta la saturación con atmósfera de oxígeno a 20°C o aereación con aire filtrado para remover cualquier aceite del compresor (≤ 1 hora, puede ser requerido para 19.0 litros (5 gal)). Adicionar un volumen deseado de agua saturada de oxígeno en una botella adecuada y agregar 1.0 ml de cada solución buffer fosfato, MgSO_4 , CaCl_2 , y FeCl_3 por cada litro de agua de dilución.

Sembrar esta agua diluida con el material sembrante y encontrar el volumen por el método más satisfactorio para examinar los desechos remanentes.

Use el agua sembrada diluida hasta 24 horas después de su preparación Periódicamente revisar la calidad del agua diluida, eficacia de la semilla y la técnica con compuestos orgánicos si se conocen, que están presentes en los desechos o, por trabajo general con mezclas de glucosa y ácido glutámico (1500 mg/L) el cual debería mostrar DBO aproximadamente de 2200 ± 300 mg/L en 95% de determinaciones

Diferencias apreciables, requieren un examen de calidad del agua, variabilidad del material sembrante, o técnica

b) Preparación de las muestras

Observar el tiempo entre la colección de la muestra y comenzar los análisis lo más rápido posible Proteger las muestras del oxígeno de la atmósfera Si es necesario pre-tratar las muestras de la manera siguiente

1. Acidez o alcalinidad cáustica

Neutralizar hasta aproximadamente un pH 7 con H_2SO_4 diluido o con una solución al 5% de NaOH, usando un pHmetro o azul bromotimol como indicador externo, el pH del agua diluida sembrada no debería cambiar por la dilución de la muestra

2. Cloruro residual

Dejar verticalmente 1 –2 horas hasta disipar el cloro Si no es efectivo, usar Na_2SO_3 como tratamiento Determine el volumen a ser utilizado por la adición de 200 mL de ácido acético (1+1) o H_2SO_4 (1+49) y 100 ml de KI al 10% para 1 litro de muestra Titular con una solución de Na_2SO_3 hasta el punto final, usar almidón agregar el volumen indicado a la muestra y probar una porción pequeña con almidón para controlar que el tratamiento este completo

3. Sustancias tóxicas

Remover o neutralizar Probar la toxicidad como sigue adicionar la misma cantidad de semilla, para el set de botellas de duplicado de DBO Adicionar agua diluida para cada botella, dejarlas en un cuarto hasta que la cantidad de muestra tenga una concentración final de 0.06, 0.12, 0.25, 0.50, 1.0, 2.5, 5.0, 10.0, 20.0 y 40.0% Neutralizar la muestra, adicionar el volumen requerido de la muestra hasta duplicar las botellas, y llenar con agua diluida Determine el oxígeno disuelto en la primera serie, cerca de 15 minutos después de la preparación de la dilución Determine el Oxígeno Disuelto en la segunda serie después de 3 días

El cambio en la magnitud del oxígeno concentrado dependerá de la cantidad de alimento disponible y la toxicidad de la muestra

4. Sobresaturación con oxígeno

Muestras conteniendo > 9.2 mg/L de oxígeno a 20 °C posiblemente se encuentren durante el invierno o donde las algas están activamente en crecimiento Para prevenir la pérdida de oxígeno durante la incubación, reducir el contenido de oxígeno hasta saturación por

transferencia de la muestra hasta aproximadamente 20°C para llenar parcialmente la botella y agitar vigorosamente

Determinación

La muestra debe ser diluida con agua diluida sembrada, por lo menos una dilución debe ser realizada para que el oxígeno disuelto se reduzca de 10 mg/L (ppm) durante 5 días del periodo de prueba pero no se reducirá el oxígeno disuelto residual hasta < 10 mg/L

Cuidadosamente, sacar el agua diluida sembrada dentro de 1 o 2 L graduados, dejándolos medio llenos. Adicionar el volumen de la muestra mezclada cuidadosamente hasta la dilución deseada y llenar hasta la marca con agua diluida. Mezclar muy bien con una varilla, evitando la entrada de aire. Si es posible que la DBO este en un gran rango, preparar un serie geométrica de diluciones hasta tener el rango posible, diluir la muestra hasta llenar 3 botellas de DBO, una para incubación, una para determinación de la Demanda Inmediata de Oxígeno Disuelto (IDOD). Insertar los tapones para evitar burbujas. Determinar el oxígeno disuelto por el método titrimétrico

Alternativamente, preparar muestras diluidas directamente pipeteando la muestra con una pipeta de tipo ancho dentro de botellas de DBO de capacidad conocida y llenando las botellas con agua diluida sembrada, si es requerida una dilución >100 prepare en graduación antes de adicionar a las botellas de DBO

Prepare el blanco de agua diluida sembrada conteniendo el volumen usado para diluciones de las muestras para determinar el contenido de oxígeno disuelto inicial. Prepare el control de 2 botellas DBO con agua diluida no sembrada, tapar y sellar el agua, en una botella para incubación (si las botellas de agua de sellado especial no son utilizadas, sellar el agua por inmersión en bandejas de agua)

Determinar el oxígeno disuelto en otra botella antes de la incubación. La calidad del agua diluida no sembrada es satisfactoria si la disminución obtenida es ≤ 0.2 mg/L, preferiblemente ≤ 0.1 no usar estos valores como corrección del blanco

Si el agua diluida es sembrada, determinar la disminución del oxígeno de la siembra usada en cada dilución que resultara en 40.0 – 70.0 % de disminución en 5 días, use esta disminución, el blanco no sembrado. Para calcular la corrección debida para una atmósfera pequeña de siembra en agua diluida

Incubar las mezclas preparadas, sellando el agua por 5 días a 20 ± 1 °C y determinar el contenido de oxígeno disuelto final

Cálculos

Calcular en mg/L (ppm) como sigue

Demanda de Oxígeno Disuelto inmediato

$$(IDOD) = (D_c - D_1)/P$$

cuando el sembrado no es requerido

$$\text{DBO mg/L} = (D_1 - D_2)/P$$

Cuando se usa agua diluida sembrada

$$\text{DBO mg/L} = [(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) f]/P$$

Incluyendo IDOD, si es pequeño o no determinar,

$$\text{DBO mg/L} = (D_c - D_2)/P$$

Donde

D_0 = Oxígeno Disuelto (OD) del agua diluida original,

D_1 = OD en la muestra diluida 15 minutos después de la preparación,

D_2 = OD de la muestra diluida después de la incubación,

S = OD de la muestra no diluida original,

D_c = OD obtenido en la dilución a tiempo cero = $(D_0P) + Sp$,

p = fracción decimal del agua diluida usada,

P = fracción decimal de la muestra usada,

B_1 = OD de la dilución del control de la siembra antes de la incubación,

B_2 = OD de la dilución del control de la siembra después de la incubación,

f = relación o proporción de la siembra en la muestra hasta el control en la siembra = $(\% \text{ siembra en } D_1)/(\% \text{ siembra en } B_1)$

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Metodología: APHA (estándar methods of water and wastewater) 19th edition 1995

Método: prueba de la DBO en cinco días

Materiales

Frasco o botellas de incubación de 250 0 – 300 0 mL de capacidad

Reactivos

Solución buffer de fosfato (ver pág 72)

Solución de sulfato de magnesio (22 5 MgSO₄ 7H₂O/L en agua destilada)

Solución de cloruro de calcio (27 5 g CaCl₂/L en agua destilada)

Solución de cloruro férrico (0 25 g de FeCl₃ 6H₂O/L en agua destilada)

Solución ácida y álcali 1 N

Solución de sulfito de sodio 0 025N

Inhibidor de nitrificación (2- cloro – 6 – (triclora-metil) piridina (TCMP)

Solución de ácido glutámico – glucosa (150 mg + 150 mg para un litro de agua destilada)

Solución de cloruro de amonio (1 15 g de NH₄CL para 500 mL de agua destilada, ajustar pH=7)

Equipo

Incubadora de aire o baño de agua, termostáticamente controlado a 20 ± 1 °C

Fundamento

El Oxígeno Disuelto es medido en el momento de la toma de muestra, incubandola posteriormente a 20 °C ± 1 °C en botellas de DBO y finalmente se calcula la DBO por la diferencia entre el oxígeno disuelto inicial y final

Procedimiento

a Preparación del agua de dilución

Colocar el volumen deseado de agua en un frasco o botella adecuada y adicionar 1 0 mL de cada una de las siguientes soluciones buffer fosfato, MgSO₄ , CaCl₂, y solución de FeCl₃ por cada litro de agua de dilución

Antes de usarla, llevar la dilución del agua a una temperatura de 20 °C, saturar con el OD por agitación de un frasco parcialmente lleno o por aeración con aire filtrado orgánico libre. Alternativamente, guardar las botellas tapadas con suficiente algodón, para que el agua quede bien saturada con el oxígeno disuelto. Proteger la calidad del agua, utilizando cristalería y frascos limpios

b. Control del agua de dilución

No es recomendable almacenar cuando el DBO es determinado fuera de la inhibición de nitrificación, debido a que los organismos en nitrificación, posiblemente se desarrollen durante el almacenamiento. Controlar el almacenamiento del agua de dilución para determinar si permanece suficiente amonio después de almacenarla. Si no, adicionar una solución de cloruro de amonio para que provea un total de 0 45 mg/L de amonio como

nitrógeno si el agua de dilución no esta siendo almacenada para mejorar la calidad, adicionar suficiente material de semilla (patrón de agua contaminada) para producir OD arriba de 0.05 a 0.1 mg/L en 5 días a 20 °C determinar OD inicial y final El OD tomado en 5 días a 20 °C no debería ser mayor de 0.2 mg/L y preferiblemente no más de 0.1 mg/L

c Control del ácido glutámico – glucosa

Debido a que la prueba de DBO_5 , es un bioensayo, sus resultados pueden ser influenciados grandemente por la presencia de tóxicos, y las aguas destiladas frecuentemente son contaminadas con cobre

En general al utilizar una mezcla de 150.0 mg/L glucosa y 150.0 mg/L ácido glutámico como un “estandar”, para determinaciones de DBO como control de la solución

La glucosa tiene una proporción de oxidación variable y excepcionalmente alta, pero cuando es utilizada con el ácido glutámico, la proporción de la oxidación es estabilizada y es similar para ser obtenida con muchos desechos municipales Alternativamente si un agua de desechos en particular contiene un mejor constituyente identificable que contribuya a la DBO, se usa este compuesto en lugar del ácido glutámico – glucosa

Determine la DBO en 5 días a 20 °C de un 2% de dilución del ácido glutámico – glucosa (estandar del control de la solución)

d. Origen de la siembra

Si es necesario tener presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra Los desechos domésticos no clorados u otro tipo de efluentes no desinfectados, desechos biológicos tratados en plantas y superficies de agua recibiendo descargas de agua de desechos con una población microbiana satisfactoria

Algunas muestras no contienen suficiente población microbiana (por ejemplo algunos desechos industriales no tratados, aguas desinfectadas, aguas a temperatura alta o desechos con valores extremos de pH)

e Pre- tratamiento de la muestra

1) Muestras

Conteniendo alcalinidad cáustica o acidez -- muestras neutralizadas a pH 6.5 a 7.5 con una solución de ácido sulfúrico o hidróxido de sodio, la cantidad de reactivos no diluyen la muestra mas de 0.5% El pH del agua de dilución no deberá ser afectado por la dilución mínima en la muestra

2) Muestras conteniendo compuestos de cloro residual

Si es posible, evitar muestras conteniendo cloro residual Según muestreos previos a los procesos de cloración Si la muestra ha sido clorada, pero no es detectable el cloro residual que esta presente, sembrar el agua diluida

Para muestras en las cuales el cloro residual no es disipado en un tiempo razonablemente corto, destruir el cloro residual por la adición de una solución de Na_2SO_3 . Determine el volumen requerido de Na_2SO_3 en una porción de 100.0 – 1000.0 mL de muestra neutralizada por la adición de 10 ml de 1+1 ácido acético o 1+50 de H_2SO_4 , 10.0 mL de KI (solución) (10.0 g/100.0 mL) por una porción de 1000.0 mL. Y titular con Na_2SO_3 con una solución de almidón-yoduro para el punto final residual.

Adicionar para una muestra neutralizada, el volumen relativo de Na_2SO_3 en solución, mezclar y después de 10 a 20 minutos controlar la muestra para cloro residual.

3) Para muestras conteniendo otras sustancias tóxicas

Ciertamente desechos industriales, por ejemplo desechos metálicos, conteniendo metales tóxicos. Tales muestras, muchas veces requieren de un especial tratamiento y estudio.

4) Muestras sobresaturadas con OD

Muestras conteniendo más de 9.0 mg/L de OD a 20 °C, posiblemente sean encontrados en agua fría o en aguas donde ocurra la fotosíntesis. Para prevenir la pérdida de oxígeno, durante la incubación de tales muestras, reducir OD por saturación a 20 °C, llevando la muestra cerca de 20 °C en botellas parcialmente llenas agitándolas vigorosamente o por una aeración con aire comprimido filtrado, limpio o puro.

5) Ajuste de la temperatura de la muestra

Llevar las muestras a 20 ± 1 °C antes de hacer las diluciones.

6) Inhibición – Nitrificación

Si se desea la inhibición – nitrificación. Adicionar 3.0 mg de 2- cloro – 6- (tricloro-metil) piridina (TCMP) para cada botella de 300.0 mL, antes de taponarla o adicionar suficiente cantidad del agua de dilución para hacer una concentración final de 10.0 mg/L.

f Técnica de dilución

Diluciones que resultan en un OD residual de por lo menos 1.0 mg/L y un OD fuera de un mínimo de 2.0 mg/L después de 5 días de incubación, producen resultados más confiables. Un análisis más rápido, tal como DQO (Demanda Química de Oxígeno), posiblemente correlacione aproximadamente con DBO y sirve como una guía en la relación de las diluciones, use las siguientes diluciones: 0.0 a 1.0 % para un desecho industrial fuerte, 1 a 5 % para crudos, y desechos de agua, 5 a 25 % para efluentes tratados biológicamente y 25 a 100 % para aguas de ríos contaminados.

Preparar las diluciones en cilindros graduados y luego transferirlas a botellas de DBO o prepararlas directamente en botellas de DBO. Cualquiera de los métodos de dilución puede ser combinado con una técnica de medición de OD. El número de botellas para ser preparadas para cada dilución, depende de la técnica de OD y del número de reproducciones deseadas.

1) diluciones preparadas en cilindros graduados

Si Se utiliza la modificación azida del método titrimetrico yodometrico, cuidadosamente diluir el agua de sífon sembrada si es necesario, dentro de un cilindro graduado de 1 a 2 litros de capacidad Llevar el cilindro hasta la mitad de aire, adicionar la cantidad deseada de una muestra mezclada y diluir hasta un nivel apropiado con el agua de dilución Mezclar el agua en dos botellas de DBO Determinar OD inicial, en una de esas botellas, tapar la segunda botella herméticamente, luego incubar por 5 días a 20 °C

2) Diluciones preparadas directamente en botellas DBO

Usando pipetas volumétricas de punta ancha, adicionar el volumen de la muestra deseada, a una botella de DBO de capacidad conocida Adicionar cantidades apropiadas del material sembrado a la botella individual de DBO o para la dilución del agua Llenar las botellas con suficiente agua de dilución, sembrada si es necesario, para que al insertar el tapón, se haya desplazado todo el aire, no dejando salir burbujas

Para diluciones mayores de 1 100, hacer primeramente la dilución en cilindros graduados, antes de hacer la dilución final en la botella

Cuando utilice el método yodometrico – titrimetrico para la medición del OD, prepare dos botellas en cada dilución Determine el OD inicial en una botella, tapar la segunda botella herméticamente, sellarla y luego incubarla por 5 días a 20 °C Si el método de electrodo de membrana es usado, para la medición de OD, prepare solo una botella de DBO para cada dilución Determine el OD inicial en esta botella y reemplace el contenido desplazado con el agua de dilución hasta llenar la botella , tapar herméticamente, sellar el agua y luego incubar por 5 días a 20 °C enjuagar los electrodos del OD, entre las determinaciones para prevenir una contaminación cruzada en las muestras

g. Determinación del OD inicial

Si la muestra contiene materiales que reaccionan rápidamente con el OD, determine el OD inicial inmediatamente después de llenar las botellas de DBO con la muestra diluida Si el OD inicial es insignificante, el periodo del tiempo entre la preparación de la dilución y la medición del OD no es crítica

Cuando el agua de dilución es sembrada

$$\text{DBO}_5 \text{ mg/L} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) F}{P}$$

Donde

D_1 = OD de la muestra diluida, inmediatamente después de la preparación, mg/L

D_2 = OD de la muestra diluida, después de 5 días de incubación a 20 °C, mg/L

P = fracción volumétrica decimal de la muestra usada

B_1 = OD de control de la semilla antes de la incubación mg/L

B_2 = OD del control de la semilla después de la incubación mg/L

$F = \text{radio de la semilla en la muestra diluida para el control de la semilla} = (\% \text{ semilla en la muestra diluida}) / (\% \text{ semilla en control de la semilla})$

Si el material sembrado es adicionado directamente hacia la muestra o para el control de la semilla en las botellas

$F = (\text{volumen de la semilla en la muestra diluida}) / (\text{volumen de la semilla en control de la semilla})$

Reportar los resultados como Concentración de la Demanda Bioquímica de Oxígeno en cinco días (CDBO₅) si la nitrificación es inhibida

Utilice la modificación azida del método yodometrico o el método de electrodo membrana para determinar el OD inicial en todas las muestras diluidas, dilución de los blancos con agua y cuando sea apropiado controlar la semilla

h Dilución del blanco – agua

Cada muestra se incuba en una botella de agua diluida no sembrada El OD tomado no debe ser más de 0.2 mg/L y preferiblemente no más de 0.1 mg/L

i Incubación

Incubar a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ en botellas de DBO, conteniendo diluciones deseadas, control de la semilla diluciones de agua – blanco y control de ácido – glutámico – glucosa

j Determinación del OD final

Después de 5 días de incubación determine el OD en muestras diluidas y blancos

Cálculos

Cuando el agua de dilución no esta sembrada

$$\text{DBO}_5 \text{ mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

Si en más de una dilución de la muestra, se encuentra el criterio de que el OD residual es menor a 1.0 mg/L y una reducción de OD menor a 2.0 mg/L y este no es evidencia de la toxicidad, en una muestra de concentración alta, o la existencia de una anomalía, los resultados promedios están en un rango aceptable En esos cálculos, no se hacen correcciones para el OD por la dilución del agua – blanco durante la incubación Si la dilución del agua, no se encuentra en estos criterios, las correcciones son difíciles y los resultados son cuestionables

Precisión y tendencia

En un laboratorio sencillo, usando pruebas a 300.0 mg/L mezclados con una solución de ácido glutámico – glucosa, se dieron los siguientes resultados

| | |
|--|-----------|
| Número de meses | 14 |
| Número de triplicados | 421 |
| Promedio mensual recuperado | 204 mg/L |
| Promedio mensual de la desviación estándar | 10 4 mg/L |

En una serie de estudios, dentro del laboratorio, cada 2 a 112 laboratorios involucrados, las mediciones de DBO₅ días, fueron hechas en muestras de aguas sintéticas conteniendo 1 l mezcla de glucosa y ácido glutámico en un rango de oncentración total de 3 3 a 23 0 mg/L. Las ecuaciones de regresión para este valor, significan, (X), la desviación estándar, (S), de estos estudios donde

$$\bar{X} = 0.658 \text{ nivel adicionado, mg/L} + 0.280 \text{ mg/L}$$

$$S = 0.100 \text{ nivel adicionado, g/L} + 0.547 \text{ mg/L}$$

Para un estándar de mezcla primaria de 300 0 mg/L, el promedio de 5 días de DBO, será 198 0 mg/L con una desviación estándar de 30 5 mg/L.

Solución buffer de fosfato:

Disolver 8 5 g de KH₂PO₄, 21 75 g de K₂HPO₄, 33 4 g de Na₂HPO₄ 7H₂O, y 1 7 g de NH₄Cl en 500 0 mL de agua destilada y diluir a 1 litro. El pH deberá ser de 7 2, sino ajustarlo.

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Metodología: APHA (Estandar Methods of Water and Wasterwater) 19th Edition, 1995

Método: Ultima prueba de DBO, expresada en unidades de UDBO (Ultima Demanda bioquímica de Oxígeno)

Materiales

Botellas de incubación de 2 litros de capacidad con tapón

Botellas de vidrio de suero de 4 – 10, de capacidad

Botellas de 300 0 mL de DBO

Botella de reservorio de 4 Litros o botella de vidrio largo

Reactivos

Acido sulfúrico

Equipo

Incubador o baño de agua, termostaticamente controlado a 20 ± 1 °C

Electrodo de membrana de oxígeno - sensitivo

Fundamento

El método consiste de una dilución completa, en botellas herméticas, incubadas bajo condiciones específicas por un periodo de tiempo dependiendo de la calidad del agua de desecho, efluente, río o estuario

El Oxígeno Disuelto es medido inicialmente e intermitente durante la prueba El OD contra una serie de tiempos, es calculado por una técnica estadística apropiada

La temperatura de incubación siempre es a 20 °C la mayoría de efluentes, y algunas superficies de aguas, contienen materiales con demanda de oxígeno que exceden del OD disponible en el agua saturada de aire luego es necesario diluir la muestra o, monitoriar el OD frecuentemente para asegurar que no ocurren condiciones anaerobias a bajas concentraciones de OD

El grado de oxidación de los compuestos nitrogenados durante el periodo de incubación depende de la presencia de microorganismos capaces de llevar esta oxidación

Tales organismos preferiblemente no deben estar presentes en las aguas de desechos en suficiente número para oxidar cantidades significativas de nitrógeno reducido Pueden obtener resultados erróneos, cuando se usa una nitrificación inhibitoria, por lo tanto, excluir el uso del método, a no ser que la evidencia experimental, en una muestra particular indica que esta es aceptable

El monitor $\text{NO}_2\text{-N}$ y $\text{NO}_3\text{-N}$ para calcular el oxígeno equivalente de la reacción de nitrificación

Procedimiento

a Muestras de aguas de ríos

Preferiblemente llenar una botella larga de DBO (>2 litros, o alternativamente 6 o más de 300 mL de botellas DBO) con muestra a 20 °C no adicionar nutrientes, semilla, o inhibidor de nitrificación No diluir la muestra, a menos que, se conozca por pruebas o experiencia que tiene un DBO alto (>200 mg/L)

Medir el OD en cada botella, taponarla y hacerlo en un frasco herméticamente sellado Incubar a 20 °C en Lugar oscuro

Medir el OD en cada botella, en intervalos de por lo menos de 2 a 5 días por un período de 30 hasta 60 días (mínima de 6 a 8 lecturas) o más bajo circunstancias especiales Para evitar la disminución del oxígeno en una muestra conteniendo $\text{NH}_3\text{-N}$, medir el OD más frecuentemente, hasta que la nitrificación tome su lugar Si el OD decae cerca de 200 mg/L, reoxigenar Reponer la muestra perdida y examinar el OD desplazándolo por la adición de 10 a 20 mL de la muestra en el fondo de la botella

Cuando el OD se aproxima a 200 mg/L, reoxigenar Verter una pequeña cantidad de la muestra en un vaso limpio y reoxigenar el residuo, directamente en la botella por una agitación vigorosa o burbujeando con aire purificado (grado medio) Rellenar la botella desde el fondo y medir el OD Si se utilizan botellas de DBO de 300 mL, verter toda la muestra de las diferentes botellas utilizadas, dentro de un frasco limpio, reoxigenado y rellenar las botellas pequeñas

Analizar para nitrato, más nitrito - nitrógeno ($\text{NO}_3\text{-N} + \text{NO}_2\text{-N}$), en 0, 5, 10, 15, 20 y 30 días Alternativamente, determine $\text{NO}_2\text{-N}$ y $\text{NO}_3\text{-N}$, cada tiempo de OD es determinado, en relación a la producción correspondiente de DBO en determinaciones de nitrógeno

Si la última demanda ocurre en un tiempo mayor de 30 días, hacer análisis adicionales a intervalos de 30 días Remover de 100 a 200 mL de la botella, para estos análisis Rellenar las botellas, como sea necesario, desde el fondo de la botella, preservar $\text{NO}_2\text{-N} + \text{NO}_3\text{-N}$ submuestra con H_2SO_4 a pH <2 y refrigerar

Si el propósito de la prueba de la Última Demanda Bioquímica de oxígeno, es para asignar la UDBO, y no para condicionar datos para cálculos, medición de la concentración nitrito-nitrógeno solamente en cero días y en el último día de la prueba.

Calcular el oxígeno consumido durante cada intervalo de tiempo y hacer las correcciones apropiadas para la demanda de nitrógeno – oxígeno

Corregir por el uso

$3.43 \times$ el $\text{NH}_3\text{-N}$ a $\text{NO}_2\text{-N}$ conversión, más $1.14 \times$ el $\text{NO}_2\text{-N}$ a $\text{NO}_3\text{-N}$ conversión para reflejar la estequiometría de la oxidación de NH_4^+ a NO_2^- o NO_3^-

Cuando utilice un blanco de agua diluida, sustraer el OD tomado del blanco del total de OD consumido. El agua de alta calidad reactivo, fuera de los nutrientes, típicamente, consumirá un máximo de 1.0 mg/L OD en periodo de 30 a 90 días. Si el OD fuera del agua diluida es mayor que 0.5 mg/L para un período de 20 días, o 1.0 mg/L para un período de 90 días, reportar la magnitud de la corrección y probar, para obtener un agua de dilución de calidad mas alta para usarla con pruebas subsecuentes de UDBO.

Cuando el OD semanalmente consumido, gotea abajo del 1 al 2 % del total del consumo acumulativo, calcular la última DBO utilizando un método de regresión no lineal.

b. Tratamiento en aguas de desechos

Usar agua de alta calidad reactivo, para el agua de dilución. No adicionar inhibidores de nitrificación si se desean porcentajes bajos.

Las semillas y nutrientes si son necesarios, adicionar alguna cantidad a cada dilución del blanco de agua.

Como una regla, el último DBO de la muestra diluida, debería estar en el rango de 20.0 a 30.0 mg/L. Diluciones de este nivel, probablemente requieren de 2 o 3 muestras reoxigenadas durante el período de incubación para evitar tener concentración de oxígeno disuelto debajo de 2.0 mg/L.

Use botellas de 2 litros o más de DBO (alternativamente varias botellas de 300.0 mL de DBO). Para cada dilución, adicionar volúmenes deseados de la muestra para cada botella y llenarla con agua de dilución.

Llenar una botella de DBO con agua de dilución para que sirva como un blanco de agua diluida. Tratar el blanco como todas las muestras, (seguir el procedimiento como en las muestras de agua de río) e incubar como en la prueba de UDBO.

Cálculos

La Última Demanda Bioquímica de oxígeno (UDBO) puede ser estimada utilizando la siguiente ecuación:

$$DBO_t = UDBO (1 - e^{-kt})$$

Donde

DBO_t = oxígeno medido por fuera en un tiempo t , en mg/L

K = primer orden, proporción de oxígeno fuera

t = tiempo

e = antilogaritmo Ln

Precisión y tendencia

La precisión de la prueba de UDBO, fue asignada con una serie de pruebas repetidas en un laboratorio sencillo.

La tendencia fué asignada por la determinación de DBO de una concentración conocida de glucosa (150 0 mg/L) y ácido glutámico (150 0 mg/L) esta solución tiene una UDBO de 321 0 mg/L a 308 0 mg/L, dependiendo del grado de nitrificación

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

Metodología: APHA (Standard methods of water and wastewater) 19th edition 1995

Método: Respirimetrico (propuesto)

Reactivos

Agua destilada

Solución buffer fosfato, 1.5 N

Solución de cloruro de amonio, 0.71 N

Solución de cloruro de calcio, 0.25 N

Solución de sulfato de magnesio, 0.41 N

Solución de cloruro férrico, 0.018 N

Solución de hidróxido de potasio, 6 N

Solución ácida, 1 N (H₂SO₄ o HCL concentrado)

Solución alcalina, 1 N (NaOH)

Inhibidor de nitrificación (grado reactivo 2- cloro- 6 – (triclorometil)) piridina (TCMP) o equivalente

Solución de ácido glutámico – glucosa (15.0 g de glucosa + 15.0 g de ácido glutámico + agua destilada/1L)

Solución electrolítica (para electrolitos Respirimetrico) (según fabricante)

Solución de sulfito de sodio, 0.025 N

Solución de elemento traza

Solución de extracto de levadura.

Solución nutriente (Cloruro de calcio, Cloruro de magnesio)

Equipo

Sistema Respirimetrico

Incubadora o baño de agua (a temperatura ambiente)

Fundamento

Los métodos Respirimetricos, proveen mediciones directas del oxígeno consumido por microorganismos como el aire o el oxígeno – enriquecido del medio ambiente en un frasco cerrado en condiciones de agitación y temperatura constante

Procedimiento

a Preparación de la muestra

1) Homogenización

Si la muestra contiene sólidos flotantes, homogenizar con un mezclador y transferir una porción representativa de todos los sólidos que están en suspensión. Si cambian las características de la muestra, omitir este paso

2) Ajustar el pH

Neutralizar las muestras a un pH =7 con H₂SO₄ 1N o NaOH 1N. Cada reactivo no debe diluir la muestra más de 0.5%

3) Declorinación

Evitar analizar muestras conteniendo cloro residual por recolección de muestras que adelantan proceso de clorinación, si el cloro residual esta presente, oxigenar como se describe en el paso 5, o dejar en posición vertical en la luz por una o dos horas. Si el cloro residual persiste, adicionar una solución de Na_2SO_3 . Determine el volumen requerido de la solución de Na_2SO_3 por la adición de 10.0 ml 1 + 1 ácido acético o 1 + 50 H_2SO_4 y 110.0 mL de una solución de yoduro de potasio (10.0 g/100.0 mL) para una porción de la muestra. Titular con una solución 0.025 N, hasta el punto final con almidón – yodo. Adicionar para neutralizar la muestra un volumen proporcional de una solución Na_2SO_3 , mezclar y después de 10 a 20 minutos, chequear el cloro residual. Volver a sembrar la muestra.

4) Muestras conteniendo sustancias tóxicas

Seguramente, desechos industriales, contienen metales tóxicos o compuestos orgánicos. Esto muchas veces requiere de un tratamiento y estudio especial.

5) Concentración inicial del oxígeno

Si la muestra contiene concentraciones de Oxígeno Disuelto por encima o debajo de la concentración deseada, agitar o aerear con aire limpio, filtrado – comprimido, cerca de 1 hora inmediatamente antes de la prueba.

6) Ajuste de la temperatura

Llevar las muestras y el agua diluida a la prueba deseada a una temperatura (± 1 °C) antes de hacer las diluciones o transferirlas hacia los frascos de prueba.

b Dilución de la muestra

Use agua destilada o agua de una fuente apropiada, libre de materia orgánica. En algunos casos, se puede recibir agua de chorro para ser usada en la dilución. Adicionar el volumen deseado de la muestra para la prueba, usando una pipeta volumétrica de tipo ancha, u otro tipo de cristalería adecuada. Adicionar el agua diluida a la muestra hasta cerca de un 80 % del volumen final deseado. Adicionar una cantidad apropiada de nutrientes, minerales, buffer, inhibidor – nitrificación, si se desea, y sembrar el cultivo. Como se describirá abajo. Diluir la muestra hasta el volumen final deseado. El número de frascos a ensayar, para preparar cada dilución depende de las pruebas objetivas y del número de repeticiones deseadas.

c Nutrientes, minerales y buffer

Adicionar suficiente nitrógeno de amonio para producir una COD (Concentración de Oxígeno Disuelto) COD N P en relación 100.5:1 o una CTO (Carbono Total Orgánico) CTO N P en relación 30.5:1, adicionar 2.0 mL de calcio, magnesio, cloruroferrico, y solución de trazas de minerales por cada litro de muestra diluida, a menos que la cantidad suficiente de esos materiales estén presente en la muestra original. Requerimientos de fósforo serán encontrados por el buffer fosfato si es utilizado (1.0 ml/50.0 mg/L DQO o ultima DBO de la muestra diluida que usualmente es suficiente para mantener el pH entre

6 8 y 7 2) Tener precaución en la adición del buffer fosfato para muestras que contienen sales metálicas debido a que los fosfatos metálicos pueden precipitarse y demostrar menor toxicidad o efecto benefico, que cuando el fosfato no esta presente

d. Inhibidor – nitrificación

Si se desea la inhibición – nitrificación , adicionar 10 0 mg/L de 2- cloro- 6- (triclorometil) piridina (TCMP) en el frasco de la muestra Muestras que posiblemente nitrifiquen incluyen, efluentes tratados biológicamente, muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente, y aguas de ríos

e. Sembrado

Ver procedimiento (prueba de DBO en 5 días, paso d) Para la preparación de la siembra Usar suficiente cantidad de cultivo para prevenir mayores retrasos en la reacción del oxígeno, pero tampoco que el oxígeno de la siembra exceda del 10 % de este en la muestra sembrada

Típicamente el volumen sembrado en el control de la siembra, debería de ser 10 veces del volumen usado en las muestras sembradas

f Incubación

Incubar las muestras a 20 °C o a otra temperatura adecuada de $\pm 1 0$ °C tener cuidado que la agitación no incremente la temperatura de la muestra

Cálculos

Corregir el oxígeno para la siembra y la dilución por la siguiente ecuación

$$C = [A - B (S_A / S_B)] (1000 / N_A)$$

Donde

C= oxígeno corregido, tomado de la muestra (mg/L)

A= oxígeno medido, tomado en la muestra sembrada, mg

B= oxígeno medido, tomado en el control de la siembra, mg

S_A= volumen en mL de la siembra en la muestra A

S_B= volumen en mL de la siembra en la muestra B

N_A= volumen en mL de la muestra no diluida en la muestra A

Precisión y tendencia

Para obtener laboratorios con datos precisos, use en análisis una mezcla de ácido glutámico – glucosa, teniendo un conocimiento teórico del valor máximo del oxígeno tomado por fuera Prueba de ellos y mezclas de compuestos orgánicos similares, estos deberán presentar una desviación estandar, expresada como el coeficiente de variación, (CV) es aproximadamente 5% para muestras teniendo un total de oxígeno tomado de 50 a 100 mg/L y 3% para muestras mas concentradas La mínima respuesta o sensibilidad de respirometricos comerciales tienen un rango de oxígeno de 0 05 a 1 mg

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO₅)

Metodología: manual MERCK 9 Ed

Método: determinación de la DBO₅ sin dilución de la muestra de agua (método 1)

Materiales

Frasco de vidrio transparente con tapón de vidrio biselado de 500 0 mL

Frasco de vidrio transparente con tapón de vidrio biselado de 110 0 – 130 0 mL

Pipetas de oxígeno

Reactivos

Solución de cloruro de manganeso (II) (800 g de Cloruro de manganeso II en 1000 mL de agua desionizada)

Solución de hidrogenocarbonato amónico (70 g en 185 0 mL de agua desionizada)

Solución de hidróxido sódico, con yoduro potásico (360 g de NaOH + 200 g de KI + 5 g de Azida Sódica para 1 litro)

Solución de tiosulfato sódico 0 01 N

Solución de tiosulfato sódico 0 0125 N

Equipo

Termostato o incubador

Fundamento

La Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), se basa en el consumo de oxígeno de un agua necesario para la degradación bioquímica de los componentes orgánicos por la acción de microorganismos, en general en un periodo de 5 días a 20 °C y a oscuras. El método es adecuado para determinar el DBO₅ en muestra de agua sin diluir (método 1) o diluidas (método 2), en las que el contenido de oxígeno, después del tiempo de duración del consumo, exista como mínimo 2 0 mg/L de O₂.

Procedimiento

- 1 Llenar un frasco de vidrio de unos 500 0 mL, con el agua a investigar hasta que rebose, cerrandola sin dejar burbujas de aire
- 2 El agua tratada previamente, si es necesario, introducirle oxígeno durante 2 – 3 minutos con una banda, mediante un tubo de vidrio alargado finamente hasta aumentar el oxígeno del agua hasta unos 25 0 – 30 0 mg/L de O₂
- 3 Con esta agua, llenar hasta el borde 3 frascos de oxígeno frasco de vidrio de 110 0 – 130 0 mL con tapón de vidrio biselado de indicación exácta hasta 0 1 mL evitando burbujas de aire
- 4 Dos frascos (B₁ y B₂), cerrarlos sin dejar burbujas de aire y guardarlos durante 5 días a 20 °C en un termostato o incubador
- 5 En el tercer frasco (A), introducir con pipetas de oxígeno 1 0 mL de solución de cloruro de manganeso (II) y 1 0 mL de solución de hidróxido sódico con yoduro potásico y luego se continua operando como en la “determinación de Oxígeno Disuelto (método volumétrico de Winkler), después de 5 días de dejar en reposo se determina el oxígeno en los otros 2 frascos (B₁ y B₂) de la misma manera

Cálculos

A partir de las 3 determinaciones se calcula el contenido de oxígeno, según la fórmula de la determinación de "Oxígeno Disuelto, aplicando para $b = 20$ mL

$A = \text{mg/L de O}_2$ (frasco A)

$B = \text{mg/L de O}_2$ (valor medio de los frascos (B_1 y B_2))

$\text{DBO}_5 = \text{mg/L de O}_2 = A - B$

Los resultados se dan en valores redondeados a 0.1 mg/L O_2

Parámetro: Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO₅)

Metodología: Manual MERCK 9 ed

Método determinación de la DBO₅ con dilución de la muestra de agua (método 2)

Materiales

Probeta de 100 0 mL

Frasco de vidrio transparente con tapón de vidrio biselado de 250 0 – 300 0 mL

Reactivos

Solución de cloruro de manganeso (II) (800 g de Cloruro de Manganeso II en 1000 mL de agua desionizada)

Solución de hidróxido sódico con yoduro potásico (360 g de Hidróxido Sódico en lentejas y 200 g de Yoduro Potásico)

Acido fosfórico

Solución de tiosulfato sódico 0 01 N (0 0125 N)

Solución de almidón con yoduro de cinc

Agua de dilución por cada 100 0 mL se añaden 1 0 mL de las siguientes soluciones tampón y salinas nutritivas

Solución 1 (8 5 g) dihidrogenofosfato potásico, (28 5 g) dihidrogeno fosfato dipotásico 3 – hidrato, (33 4 g) hidrogenofosfato disódico 2 – hidrato, y (1 7 g) cloruro amónico para un litro de agua desionizada a pH=7 2

Solución 2 (22 5 g) sulfato magnesico en agua desionizada/1Litro

Solución 3 (36 5 g) cloruro cálcico 2- hidrato cristalizado en agua desionizada/1Litro

Solución 4 (0 25 g) cloruro de hierro III en agua desionizada/1Litro

Equipo

Incubador o termostato

Fundamento

Las aguas residuales muy contaminadas tienen una gran Demanda Bioquímica de Oxígeno, se diluyen con agua “consumida” rica en oxígeno, de manera que después del tiempo de duración del consumo todavía existan como mínimo 2.0 mg/L de O₂. Si la DBO₅ es difícil de evaluar, se deben preparar varias diluciones escalonadas evaluándose la muestra en que se consumió aproximadamente la mitad del oxígeno originalmente presente.

Procedimiento

- 1 Colocar el agua a investigar con el agua de dilución en una probeta de 1000.0 mL mediante una varilla V2A la cual lleve en el extremo inferior una placa tamiz V2A.
- 2 Mezclar las diluciones de la muestra de agua, mover la varilla hacia arriba y hacia abajo, evitando burbujas de aire.
- 3 Llenar hasta el borde, cada uno de una serie de 3 frascos de oxígeno, con cada solución diluida.
- 4 Introducir en un frasco (A₁), con una pipeta de oxígeno 2.0 mL de solución de cloruro de manganeso (II) y 2.0 mL de solución de hidróxido sódico con yoduro potásico y continuar la técnica “Determinación del Oxígeno Disuelto”.
- 5 Los otros dos frascos (A₂ y A₃), cerrarlos y guardarlos 5 días a 20 °C a oscuras (termostato o incubadora) luego determinar el contenido de oxígeno.
- 6 Para determinar la DBO₅ del agua de dilución “consumida” o, según el caso, inoculada (como valor en blanco) se llenan con esta 3 frascos de oxígeno (B₁, B₂, B₃) hasta el borde, evitando las burbujas de aire. Luego operar como se ha indicado antes.

Cálculos

Solo se evalúan las muestras cuyo contenido de oxígeno residual es como mínimo de 2.0 mg/L de O₂ y cuyo consumo, sin el agua de dilución, sea como mínimo de 1.0 mg/L de O₂.

Primeramente se calcula el contenido de oxígeno de las seis determinaciones (A_1 , A_2 , A_3 y B_1 , B_2 , B_3), según la fórmula del parámetro "Determinación de Oxígeno Disuelto, utilizándose para b 40 mL

De los contenidos de oxígeno A_2 , A_3 y B_2 , B_3 , se calcula en cada caso el valor medio. La DBO_5 de la muestra de agua se calcula según la fórmula

$$DBO_5 = O_2 \text{ en mg/L} = [(A_1 - (A_2 + A_3)/2) - (B_1 - (B_2 + B_3)/2)] \cdot 1000/v + (B_1 - (B_2 + B_3)/2)$$

v = volumen en mL del agua a investigar, que se completa con el agua de dilución hasta un volumen de 1000 mL

En caso de diluciones de la muestra de agua por encima de la relación 1+99, tiene lugar el cálculo de la DBO_5 según la fórmula simplificada

$$DBO_5 = O_2 \text{ en mg/L} = [(A_1 - (A_2 + A_3)/2) - (B_1 - (B_2 + B_3)/2)] \cdot 1000/v$$

En caso de que no pueda observarse un tiempo de duración del consumo de 5 días, puede convertirse el valor DBO_n encontrado al cabo de n días en el valor DBO_5 multiplicado por los siguientes factores de conversión

| | | | | | | | |
|------------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Duración del consumo (días) | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| Factor | 1 852 | 1 370 | 1 136 | 1 000 | 0 909 | 0 854 | 0 813 |

Resultados

Los valores encontrados se redondean para un DBO_5

< 100 mg/L a 1 mg/L,

de 100 – 500 mg/L a 5 mg/L,

> 500 mg/L a 10 mg/L

2 2 1 4 Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: OPS/OMS CEPIS 1995

Método: de dicromato

Reactivos

Solución estándar de dicromato de potasio, 0 250 N

Reactivo de ácido sulfúrico, Ag_2SO_4 (22 5 g Ag_2SO_4 en 2 5 L de H_2SO_4)

Titulante de sulfato amónico ferroso, 0 1 N

Solución indicadora de ferroína (ver Manual Procedimientos Simplificados pág 29)

Acido sulfámico (calidad reactivo)

Sulfato de mercurio en cristales o polvo

Equipo

Equipo de reflujo que consiste en frascos de 50 0 mL o 250 0 mL con cuello esmerilado 24/40 y condensadores de tipo Liebig, West o equivalente de chaqueta de 300 mm con cuello esmerilado 24/40

Cocina que produzca por lo menos $1 4 \text{ W/cm}^2$ (9 W/in^2) de superficie de calentamiento o equivalente para asegurar una ebullición adecuada en el frasco de reflujo

Fundamento

La Demanda Química de Oxígeno, mide el equivalente en oxígeno de la fracción de materia orgánica presente en la muestra, que es susceptible de oxidación en medio ácido por parte del dicromato de potasio

La DQO representa casi un valor límite de posibilidad de oxidación total de un residuo, por ello generalmente el valor de la DBO última o la DBO_{20} se debe aproximar a la DQO

Procedimiento

Tratamiento de muestra con valores de DQO sobre los 50 mg/L

- 1 Poner 20 0 ml de muestra o una alícuota menor diluida a 20 0 mL en un frasco de reflujo de 250 0 mL
- 2 Adicionar 0 2 g de HgSO_4 , varias perlas de vidrio y 5 ml de reactivo H_2SO_4
- 3 Adicionar el reactivo H_2SO_4 muy lentamente para disolver el HgSO_4 se enfría mientras se produce la mezcla para evitar posibles pérdidas de materiales volátiles presentes en la muestra.
- 4 Adicionar 10 0 mL de la solución de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0 250 N y se mezcla otra vez
- 5 Adicionar el ácido remanente 25 0 mL, se continúa removiendo la mezcla mientras se adiciona el ácido
- 6 Colocar el condensador Se asegura de que la mezcla ha sido completa antes de aplicarle calor, porque podría ocurrir un calentamiento localizado en la base del frasco con proyección de la mezcla por el condensador, alternativamente, se usa volúmenes de muestra entre 10 0 mL y 50 0 mL y los volúmenes, pesos y normalidades de los reactivos se ajustan convenientemente

- 7 Cubrir la parte abierta del condensador con un pequeño vaso para prevenir la contaminación con materiales extraños a la muestra sometida a reflujo. Se enfría y lava la base del condensador con agua destilada. Se diluye la mezcla con agua destilada doblando su volumen, se enfría a temperatura ambiente y se titula el exceso de dicromato con la solución de sulfato amónico ferroso 0.1 N, usando dos a tres gotas (0.10 a 0.15 mL) de la solución indicadora de ferroína, cantidad que debe mantenerse constante.
- 8 Tomar como punto final el viraje del color verde a rojo – marrón y rojo- marrón a azul-gris aun cuando el verde puede reaparecer dentro de algunos minutos.
- 9 De igual manera someter a reflujo el blanco con reactivos que consiste de agua destilada, en igual volumen que la muestra, junto con los reactivos utilizados con la muestra.

Determinación de soluciones con una DQO estándar

Se puede evaluar la técnica y calidad de los reactivos con una solución estándar de glucosa o ftalato de potasio. Para la glucosa el DQO teórico es de 1.0679 g/g y se prepara disolviendo 468.6 mg de glucosa en agua destilada y diluyendo a 1,000.0 mL para 500 mg/L DQO.

El ftalato de potasio tiene un valor teórico de DQO de 1.769 g/g y se prepara disolviendo 425.1 mg de ftalato de potasio en agua destilada y diluyendo a 1000.0 mL para una solución que tenga 500 mg/L de DQO. Para la solución de ftalato de potasio, se espera tener una recuperación de 98 a 100 %.

Cálculos

$$\text{DQO en mg/L} = \frac{(a - b) N \times 8,000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde

DQO = Demanda Química de Oxígeno

a = mL de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$ usado para titular el blanco

b = mL de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$ usado para titular la muestra

N = normalidad de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2 (\text{SO}_4)_2$

Método simplificado para la determinación de DQO

Reactivos

Solución patrón de biftalato de potasio (0.6802 g/L de agua destilada)

Reactivo de digestión (12.259 g $K_2Cr_2O_7$ + 167 mL de H_2SO_4 + 33.3 g $HgSO_4$ /500 mL agua destilada, luego llevarla a 1 litro)

Una solución de 22 g de sulfato de plata en 2.5 litros de H_2SO_4 concentrado

Procedimiento

- 1 Poner 2.5 mL de la muestra en el tubo
- 2 Adicionar 1.5 mL de la solución de digestión
- 3 Agregar 2.5 mL del H_2SO_4 que contiene sulfato de plata
- 4 Colocar la tapa del tubo y se agita la solución para producir una buena mezcla
- 5 Poner el tubo en un block de calentamiento a 150 °C durante dos horas, enfriar y determinar el dicromato residual por titulación o colorimetría a 440 nm
- 6 Preparar los patrones para la curva de estandarización de la siguiente manera

| mL/100 mL | DQO mg/L |
|-----------|----------|
| 5 | 40 |
| 10 | 80 |
| 20 | 160 |
| 30 | 180 |
| 40 | 240 |
| 50 | 300 |
| 60 | 360 |
| 70 | 420 |
| 80 | 480 |

Preparar una curva de calibración unidades de absorbancia versus DQO

Cálculos

$$\text{mg/L DQO} = (DQO_M - DQO_B) \times f$$

Donde

f = factor de dilución

DQO_M = Demanda Química de Oxígeno de la Muestra

DQO_B = Demanda Química de Oxígeno del Blanco

Parámetro: Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología AOAC (official methods of analysis) 14 y 16 Edition 1984 – 1995

Método: Titrimetrico

Reactivos

Agua destilada

Solución estándar de dicromato de potasio (0 25 N y 0 025 N)

Reactivo de ácido sulfúrico - sulfato de plata (22 5 g de Ag_2SO_4 + 2 5 litros de H_2SO_4)

Solución estándar de sulfato amonio ferroso 0 25N

Solución indicadora de sulfato ferroso de fenantrolina (ferroína)

Sulfato de mercurio (cristales)

Equipo

Aparato de reflujo

Fundamento

Las sustancias orgánicas son oxidadas por $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ en H_2SO_4 (1+1) a temperatura de reflujo con Ag_2SO_4 como catalizador y HgSO_4 hasta remover la interferencia de cloro. El exceso de dicromato es titulado Fe^{+2} , usando ortofenantrolina como indicador. El método es independiente de la determinación de la materia orgánica en la muestra y no tiene una relación definida para la Demanda Biológica de Oxígeno (DBO).

El método es aplicable para superficies, aguas salinas, y desechos industriales.

Aplicar el método I, usando reactivos 0 25 N, para muestras conteniendo > 50 mg/L DQO, aplicar la modificación a nivel bajo, método II, usando reactivos 0 025 N, para muestras en rango 5 0 – 50 0 mg/L, aplicar la modificación especial, método III, para aguas salinas conteniendo > 1000 0 mg/L Cl y >250 0 mg/L DQO.

La materia orgánica proveniente de cristalería, atmósfera y agua destilada debería ser excluida.

Preparación de la muestra

Recolectar las muestras en botellas de vidrio si es posible, de plástico puede ser usada si este contribuye a no producir material orgánico en la muestra. Mezclar u homogenizar las muestras conteniendo materiales sedimentables.

Las muestras pueden ser preservadas con 2 0 mL de ácido sulfúrico por cada litro de muestra.

Procedimientos

Método I – nivel alto

Colocar a ebullición diferentes perlas de vidrio y 1 g HgSO_4 en un frasco de reflujo. Adicionar 5 0 mL de H_2SO_4 y girarlo hasta disolver el HgSO_4 . Colocar en un baño de hielo y adicionar lentamente, con agitación, 25 0 mL de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0 25 N. Lentamente, y con agitación, adicionar 70 0 mL de H_2SO_4 – Ag_2SO_4 reactivo. Agitar suave y ocasionalmente el

baño, pipetear en 50 mL de la muestra (o alicuata diluida hasta 50 mL) Mezclando continuamente

Unir el condensador y el reflujo por 2 horas (en un periodo más corto puede ser usado en aguas de desecho de constante o composición conocida desde el tiempo de máxima oxidación ha sido determinado previamente) Enfriar y lavar el condensador hacia abajo con aproximadamente 250 mL de agua Si el fondo circular del frasco ha sido usado, cuantitativamente transferir la solución a un erlenmeyer de 500 mL Diluir hasta aproximadamente 300 mL con agua, y dejarlo enfriar aproximadamente a temperatura ambiente

Adicionar de 8 – 10 gotas de la solución indicadora de ferroína, y titular el exceso de $K_2Cr_2O_7$ con $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ 0.25 N hasta un marcado punto final rojizo (S mL)

Llevar a cabo la determinación de un blanco con todos los reactivos, incluyendo el reflujo, en agua destilada en lugar de la muestra y determinar los mL 0.25 N $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ requerido (B mL)

Cálculos

Para Demanda Química de oxígeno

$$DQO \text{ mg/L} = (B - S) \times N \times 8000/v$$

Donde

N = normalidad $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$ solución

v = volumen de la muestra usado

B = mL del Blanco

S = mL del titulante

Método II. Modificación a nivel bajo

Proceder como en el método I (a nivel alto), excepto que debe usar $K_2Cr_2O_7$ 0.025 N y $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$

Método III. Demanda Química de Oxígeno en aguas salinas

Procedimiento

Pipetear 50.0 mL de la muestra de 250.0 – 800.0 mg/L DQO y $Cl^- > 1000.0$ mg/L (o alicuota diluida hasta 50.0 mL con agua destilada teniendo Cl^- concentrado igual en la muestra) dentro de un erlenmeyer de 500.0 mL y adicionar 25.0 mL de $K_2Cr_2O_7$ 0.25 N y 25.0 mL de H_2SO_4

Adicionar 10.0 mg de $HgSO_4/mg$ Cl^- en la muestra y agitar hasta disolver Cuidadosamente adicionar 70.0 mL de $H_2SO_4 - Ag_2SO_4$ con agitación Adicionar varios fragmentos hirviendo, unir el condensador y refluja 2 horas (si los compuestos orgánicos volátiles

están presentes en la muestra, unir el condensador anterior hasta la adición de H_2SO_4 - Ag_2SO_4 reactivo y adicionarlo al condensador enfriando el frasco en un baño de hielo)

Enfriar y proceder como en la determinación a nivel bajo, incluyendo el blanco

No tomar en cuenta la reaparición del color azul – verde después que el punto final es alcanzado Para aguas salinas preparar una curva estándar de DQO contra mg/L Cl^- , usando soluciones de NaCl con intervalos de ≤ 4000 hasta arriba $20,000 \text{ mg/L Cl}^-$

Cálculos

Para Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO, mg/L} = [(B - S) \times N \times 8000 - 50 D] \times 120/v$$

Donde

D = Cl corrección de la curva estándar, y 120 = factor de compensación para contar con la extensión de oxidación del Cl el cual es diferente en los sistemas orgánicos e inorgánicos,

N = normalidad de la solución de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$

v = volumen de la muestra usada

B = mL del blanco

S = mL del titulante

Parámetro: Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: reflujo abierto

Reactivos

Solución estándar de dicromato de potasio 0.0417 M

Reactivo de ácido sulfúrico -, sulfato de plata (5.5 g de Ag_2SO_4 /Kg H_2SO_4 conc)

Solución indicadora de ferroina. (ver Manual de Procedimientos Simplificados, pág 29)

Solución estándar de sulfato amonio férrico, aproximadamente 0.25 M

Sulfato mercurico (cristales o polvo)

Acido sulfámico

Solución estándar de ftalato de hidrógeno potasio (KHP) (425 mg/L de agua destilada)

Equipo:

Aparato de reflujo

Consta de un frasco erlenmeyer de 500 o 2500 mL con cuello de base- vidrio de 24/40 y 300 mm de envoltura, o un condensador equivalente con base de vidrio de 24/40 y un Hot-plate, teniendo suficiente fuerza para producir por lo menos 1.4 W/cm² o equivalente

Fundamento

La mayor parte de materias orgánicas son oxidadas por una ebullición de la mezcla de ácido sulfúrico y crómico. Una muestra es refluja en una solución fuertemente ácida con un exceso de dicromato de potasio. Después de la digestión, el remanente no reducido $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ es titulado con sulfato férrico amónico para determinar la cantidad de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ consumido y la materia orgánica oxidable es calculada en términos de oxígeno equivalente. Mantener las proporciones de los pesos de reactivos, volúmenes y su potencia constante. El tiempo estándar del reflujo es de 2 horas, posiblemente sea reducido, si algunos resultados tienen que producirse en un tiempo corto.

Procedimiento

1. Tratamiento de las muestras con DQO > 50 mg/L de O_2

Colocar 50.0 mL de la muestra (para muestras con DQO de > 900 mg/L O_2 , use una pequeña porción de la muestra diluida hasta 50.0 mL) en un frasco de reflujo de 500.0 mL. Adicionar 1 gramo de HgSO_4 , y muy lentamente adicionar 5.0 mL de ácido sulfúrico, con la mezcla hasta disolver el HgSO_4 .

Enfriar la muestra, para evitar posibles pérdidas de materiales volátiles.

Adicionar 25.0 mL de una solución de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 0.0417 M y mezclar. Unir el frasco al condensador y girar sobre agua fría. Adicionar una parte del reactivo de ácido sulfúrico (70 mL) a través del condensador por el conducto final abierto. Continúe girando y mezclando, adicionando el resto del reactivo de ácido sulfúrico.

Precaución: mezclar completamente todo el contenido antes de aplicar calor para prevenir un calentamiento local del fondo del frasco y un posible escape violento de gas del contenido del mismo

Tapar la abertura final del condensador con un beaker pequeño para prevenir que materiales extraños entren en la mezcla del reflujo y refluje por 2 horas

Enfriar y lavar hacia abajo el condensador con agua destilada desconectar el reflujo del condensador y diluir la mezcla hasta su volumen con agua destilada, enfriar a temperatura de ambiente y titular el exceso de $K_2Cr_2O_7$ con (FAS) sulfato de amonio ferroso, usando 0.10 hasta 0.15 mL (2 a 3 gotas) de indicador ferroina Aunque la cantidad de indicador ferroina no es crítica, use varios volúmenes para todas las titulaciones

Tomar como punto final de la titulación el primer cambio de color desde azul – verde a rojizo- pardo El azul- verde posiblemente reaparezca En alguna manera, reflujar y titular un blanco conteniendo los reactivos y un volumen de agua destilada igual al de la muestra

2 Procedimiento alternativo para muestras con DQO baja

Seguir el procedimiento del literal a), con dos excepciones

- i) use el estándar de $K_2Cr_2O_7$ 0.00417 M
- ii) titular con sulfato de amonio ferroso 0.025 M

Tener extremo cuidado con este procedimiento debido a que pueden haber iguales trazos de materia orgánica en la cristalería o la atmósfera posiblemente cause errores grandes Si se requiere un incremento en la sensibilidad, concentrar un volumen grande de la muestra antes de la digestión bajo un reflujo, de la manera siguiente

Adicionar todos los reactivos a la muestra de 50.0 mL, (mayor), y reducir el volumen total hasta 150.0 mL por ebullición, en el frasco abierto de reflujo, para que la atmosfera se una al condensador

Calcular la cantidad de $HgSO_4$ para ser adicionada (antes de la concentración) sobre la base en proporción de peso de 10:1, $HgSO_4$:Cl, usando la cantidad de Cl presente en el volumen de la muestra original Llevar un blanco con reactivo durante el procedimiento Esta técnica tiene la ventaja de concentrar la muestra, sin tener pérdidas significantes de materiales volátiles digestibles

3. Determinación de la solución estándar

Evaluar la técnica, y calidad de los reactivos, por conducción de la prueba en una solución estándar de ftalato de hidrógeno potasico

Cálculos

Para Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO como mg/L O}_2 = \frac{(A - B) \times M \times 8000}{\text{mL muestra}}$$

Donde

A = mL FAS usado por el blanco

B = mL FAS usado por la muestra

M = molaridad de FAS*

* FAS = sulfato de amonio férrico

Precisión y tendencia

Un set de muestra sintéticas conteniendo ftalato de hidrógeno potásico y NaCl fueron analizadas por 74 laboratorios

A una DQO de 200 0 mg/L O₂ en ausencia de cloruro, la desviación estándar fue ± 13 0 mg/L (coeficiente de variación, 6 5%) A DQO de 160 0 mg/L O₂ y 100 0 mg/L Cl, la desviación estándar fue ±14 mg/L (coeficiente de variación, 10 8%)

Parámetro: Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: Reflujo cerrado, método titrimétrico

Materiales

Recipiente de digestión (preferiblemente use tubo de borosilicato para cultivo, 16 x 100 mm, 20 x 150 mm, o 25 x 150 mm, con tapón atornillado), alternativamente use ampollas de borosilicato de 100 mL de capacidad de 19 – 20 mm de diámetro

Block de calentamiento, moldeado de aluminio, de 45 hasta 50 mm de profundidad, con agujeros a la medida para cerrar los tubos de cultivo o ampollas

Ampollas selladas

Reactivos

Solución estándar de digestión de dicromato de potasio 0.0167 M

Acido sulfúrico - sulfato de plata

Solución indicadora de ferroína

Solución titulante de sulfato de amonio ferroso (FAS), aproximadamente 0.10 M

Acido sulfámico

Solución estándar de ftalato de hidrógeno potásico

Equipo

Horno que opere a 150 ± 2 °C

Fundamento

Se aplica la definición del método de reflujo abierto

Procedimiento

- 1 Lavar los tubos de cultivo y tapones con H₂SO₄ al 20%, antes de usarlos, para prevenir la contaminación, referir a la tabla I, para los volúmenes de reactivo y muestras
- 2 Colocar la muestra en un tubo de cultivo o ampolla y adicionar la solución de digestión Cuidadosamente, correr el reactivo de H₂SO₄ hacia abajo, en el interior del recipiente, así también se forma una capa de ácido debajo de la solución de digestión de la muestra
- 3 tapar herméticamente los tubos o sellar las ampollas e invertirlos a diferentes tiempos para mezclarlos completamente
Precaución proteger el rostro y las manos, del calor producido, cuando el contenido de los recipientes son mezclados Mezclar completamente antes de aplicar calor, para prevenir un calentamiento local en el tapón del recipiente y evitar una posible reacción de explosión
- 4 Colocar los tubos o ampollas en un block digestor o en un horno precalentado a 150 °C y refluja por 2 horas Enfriar a temperatura ambiente y colocar en el recipiente, los tubos de prueba Remover los tapones de los tubos y adicionar tetrafluoretileno-cubriendo la barra de agitación magnética

Si las ampollas son usadas, transferir el contenido hacia un contenedor grande para la titulación

- 5 Adicionar 0.05 a 0.10 mL (1 a 2 gotas), de indicador de ferroina y agitar rápidamente con un agitador magnético, titulando con FAS 0.10 M el punto final es un color resaltante que cambia de azul – verde a rojo- pardo, aunque el azul – verde posiblemente reaparezca dentro de unos minutos

De igual forma llevar a reflujo y el blanco a titulación (blanco = volumen de agua destilada igual que la muestra más los reactivos)

Cálculos

Para Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO como mg/L de O}_2 = \frac{(A - B) \times M \times 8000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde

A = mL FAS usado por el blanco

B = mL FAS usado por la muestra

M = molaridad de FAS*

* FAS = sulfato de amonio ferroso

Precisión y tendencia

60 muestras sintéticas conteniendo ftalato de hidrógeno potasico y NaCl fueron ensayados por 6 laboratorios A un promedio de DQO de 195 mg/L O₂ en la ausencia de cloruro, la desviación estándar fue ± 11.0 mg/L O₂ (coeficiente de variación, 5.6%), a un promedio de DQO de 208.0 mg/L O₂ y 100.0 mg/L Cl⁻, la desviación estándar fue ± 10.0 mg/L O₂ (coeficiente de variación, 4.8%)

Tabla I. Muestra y cantidades de reactivos para varios recipientes de digestión

| Recipientes de digestión | Muestra mL | Solución de digestión mL | Reactivo H ₂ SO ₄ mL | Volumen total final ML |
|--------------------------|------------|--------------------------|--|------------------------|
| Tubos – cultivos | | | | |
| 16 x 100 mm | 2.5 | 1.5 | 3.5 | 7.5 |
| 20 x 150 mm | 5.0 | 3.0 | 7.0 | 15.0 |
| 25 x 150 mm | 10.0 | 6.0 | 14.0 | 30.0 |
| Estándar 10 mL ampollas | 2.5 | 1.5 | 3.5 | 7.5 |

Parámetro: Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: Reflujo cerrado, método colorimétrico

Materiales

Recipiente de digestión (preferiblemente use tubo de borosilicato para cultivo, 16 x 100 mm, 20 x 150 mm, o 25 x 150 mm, con tapón atornillado) alternativamente use ampollas de borosilicato de 100 mL de capacidad de 19 – 20 mm de diámetro

Block de calentamiento, moldeado de aluminio, de 45 hasta 50 mm de profundidad, con agujeros a la medida para cerrar los tubos de cultivo o ampollas

Ampollas selladas

Reactivos

Solución estándar de digestión de dicromato de potasio 0.0167 M,

Reactivo Acido sulfúrico - sulfato de plata.

Acido sulfámico (calidad reactivo)

Solución estándar ftalato de hidrógeno potásico (425 mg/1Litro de agua destilada)

Equipo

Espectrofotometro, para usarlo a 600 nm con acceso para adaptarle ampollas o tubos 16, 20 y 25 mm

Fundamento

Ver definición del método de reflujo abierto (ver página 84)

Los recipiente de la reacción colorimétrica, son en ampollas de vidrio sellados o tubos de cultivo, tapados. El oxígeno consumido es medido nuevamente con estándares a 600 nm con un Espectrofotometro

Procedimiento:

1. Tratamiento de las muestras

Medir el volumen adecuado de la muestra y los reactivos en tubos o ampollas, como indica la tabla I (muestra y cantidades de reactivos para varios recipientes de digestión) preparar, digerir y enfriar las muestras, el blanco y uno o mas estándar como dirige el procedimiento de reflujo cerrado, método titrimétrico

2. Medición de la reducción del dicromato

Invertir las muestras enfriadas, blanco, y estándares a diferentes tiempos y dejar que los sólidos sedimenten antes de medir la absorbancia

Desalojar los sólidos que se adhieren a las paredes del contenedor. Insertar un tubo no cerrado o una ampolla que tenga acceso completo a la puesta en la trayectoria de la luz del Espectrofotometro ajustado a 600 nm. Leer la absorbancia y comparar con la curva de calibración. Usar tubos de cultivo ópticamente parejos o ampollas, para mayor sensibilidad, descartar cualquier rayado o mancha en la cristalería

3 Preparación de las curvas de calibración

Prepare por lo menos 5 estándares de la solución de ftalato de hidrógeno potásico con DQO equivalente de 20 hasta 900 0 mg/L O₂. Hacer el volumen con agua destilada, use volúmenes de reactivos idénticos, tubos o tamaño de las ampollas idénticos y proceda la digestión como para las muestras. Prepare la curva de calibración para cada nuevo lote de tubos o ampollas o cuando los estándares preparados difieren por $\geq 5\%$ de la curva de calibración.

Cálculos

Par Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO como mg/L O}_2 = \frac{\text{mg O}_2 \text{ en volumen final} \times 1000}{\text{mL muestra}}$$

Precisión y tendencia

48 muestras sintéticas conteniendo ftalato de hidrógeno potásico y NaCl fueron ensayados por 5 laboratorios. Dando un promedio de DQO de 193 0 mg/L O₂ con la ausencia de cloruro, la desviación estándar fue $\pm 17 0$ mg/L O₂ (coeficiente de variación, 8 7%), a un promedio de DQO de 212 mg/L de O₂ y 100 mg/L de Cl, la desviación estándar fue ± 20 mg/L O₂ (coeficiente de variación 9 6%).

Parámetro: Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: Manual MERCK 9 Ed

Método : para valores de la DQO superiores o aproximados a 70 mg/L

Materiales

Matraz erlenmeyer esmerilado de 300 0 mL

Perlas de vidrio

Reactivos

Solución de dicromato potásico 0 25 N

Sulfato de mercurio (II) (cristales)

Ácido sulfúrico concentrado con sulfato de plata

Solución indicadora de ferroina

Solución de sulfato de amonio 0 1 N y hierro (II)

Equipo

Refrigerador de reflujo

Fundamento

La Demanda Química de Oxígeno (DQO) determina el consumo de oxígeno del agua, para la oxidación de casi todas las sustancias orgánicas solubles en aguas, exceptuando una serie de compuestos nitrogenados y de hidrocarburos a penas solubles en agua

Este método trata la muestra con una solución de dicromato potásico, sulfato de mercurio (II) y ácido sulfúrico concentrado con sulfato de plata, se calienta y enfría esta solución, posteriormente se realiza una valoración con una solución de sulfato de amonio y hierro, hasta observar un cambio de color, usando una solución de ferroina como indicador

Procedimiento

- 1 Colocar 20 0 mL de la muestra (o una parte de esta alícuota completada con agua desionizada hasta un volumen de 20 0 mL) con 10 0 mL de solución 0 25 N de dicromato potásico 0 4 g de sulfato de mercurio (II) y 40 0 mL de ácido sulfúrico concentrado que contiene sulfato de plata y algunas perlas de vidrio
- 2 Calentar a llama reducida de gas (o a un calentamiento eléctrico de graduación reducida) hasta observar ebullición suave, pero constante, en el reflujo (junta esmerilada)
- 3 Después de 10 minutos de ebullición, dejar enfriar, e introducir en el matraz 50 0 mL de agua desionizada a través de refrigerante y enfriar en agua fría
- 4 Agregar 2 gotas de solución indicadora de ferroina y valorar con una solución de sulfato de amonio y hierro II 0 1 N hasta viraje de verde azulado a pardo rojizo

Bajo las mismas condiciones se determina un valor en blanco con 20 0 mL de agua desionizada

Cálculos

Para Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO mg/L de O}_2 = \frac{(a - b) \cdot c \cdot f \cdot 8000}{d}$$

Donde

a = mL utilizados de solución de sulfato de amonio y hierro (II) para la muestra en blanco

b = mL utilizados de solución de sulfato de amonio y hierro (II) para la muestra de agua

c = normalidad de la solución de sulfato de amonio y hierro (II) (0.1 o 0.025 o 0.025)

f = titulante de la solución 0.1 N o 0.025 N o 0.025 N de sulfato de amonio y hierro (II)

d = mL empleados del agua a analizar

Los resultados se dan valores redondeados hacia las cifras inferiores para

< 100 mg/L a 1 mg/L, o 1 g/m³

≥ 100 mg/L a 5 mg/L, o 5 g/m³

Parámetro Demanda Química de Oxígeno (DQO)

Metodología: Manual MERCK 9 Ed

Método : para valores de la DQO inferiores o aproximados a 70 mg/L

Materiales

Matraz erlenmeyer esmerilado

Perlas de vidrio

Reactivos

Solución de dicromato potásico 0.05 N

Sulfato de mercurio (II) (cristales)

Ácido sulfúrico concentrado con sulfato de plata

Agua desionizada

Solución indicadora de ferroina

Solución de sulfato de amonio y hierro II de 0.025 N

Equipo

Refrigerante

Fundamento

La muestra es tratada con una solución de dicromato potásico, sulfato de mercurio y ácido sulfúrico concentrado con sulfato de plata, luego se continúa el método anterior, finalmente se realiza una valoración con una solución de sulfato de amonio y hierro hasta observar un cambio de color

Procedimiento

- 1 Colocar en un matraz erlenmeyer esmerilado 50.0 mL de la muestra con 10.0 mL de solución 0.05 N de dicromato potásico, 1.0 g de sulfato de mercurio (II), 80.0 mL de ácido sulfúrico concentrado que contiene sulfato de plata y algunas perlas de vidrio
- 2 Continuar operando como el método anterior (para valores de la DQO superior a aproximados a 70 mg/L)
- 3 Después de enfriar el matraz, agregar unos 80.0 mL de agua desionizada a través de refrigerante y enfriar completamente
- 4 Agregar 2 gotas de solución de ferroina y valorar con una solución de sulfato de amonio y hierro II de 0.025 N hasta viraje de verde azulado a pardo rojizo

Bajo las mismas condiciones se determina el blanco con 50.0 mL de agua desionizada

Cálculos

Para Demanda Química de Oxígeno

$$\text{DQO mg/L de O}_2 = \frac{(a - b) \cdot c \cdot f \cdot 8000}{d}$$

Donde

a = mL utilizados de solución de sulfato de amonio y hierro (II) para la muestra en blanco

b = mL utilizados de solución de sulfato de amonio y hierro (II) para la muestra de agua

c = normalidad de la solución de sulfato de amonio y hierro (II) (0.1 o 0.025 o 0.025)

f = titula de la solución 0.1 N o 0.025 N o 0.025 N de sulfato de amonio y hierro (II)

d = mL empleados del agua a analizar

Se dan valores redondeados hacia las cifras inferiores para

| | | | | |
|------------|---|--------|---|--------------------|
| < 100 mg/L | a | 1 mg/L | o | 1g/m ³ |
| ≥ 100 mg/L | a | 5 mg/L | o | 5 g/m ³ |

2.2.1.5. Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: OPS/OMS CEPIS, 1995

Método de Winkler – Modificación de azida de sodio

Materiales

Botellas de DBO, de 300 0 mL

Bureta automática de 50 0 mL

Repipetas con graduación de volúmenes conocidos

Matraces erlenmeyer de 500 0 mL

Frascos volumétricos calibrados a 203 0 mL

Reactivos (ver Manual de Procedimientos pág 17)

Solución de sulfato de manganeso

Solución de álcali, yoduro, nitruro

Acido sulfúrico concentrado

Solución de almidón

Solución de tiosulfato de sodio 0 10 N

Solución de tiosulfato de sodio 0 025 N

Estandarización con dicromato de potasio

Reactivo especial de fluoruro de potasio

Fundamento

La prueba esta basada en la adición a la muestra de una solución de manganeso divalente, seguido por un álcali fuerte dentro de un frasco con tapa de vidrio El OD presente oxida rápidamente a una cantidad equivalente del hidróxido manganeso precipitado y lleva a los hidróxidos a estados de valencia mas altos

En la presencia de iones yoduro y acidificación, el manganeso oxidado revierte a su estado divalente con la liberación de yodo equivalente al OD originalmente contenido en la muestra El yodo es luego titulado con una solución estándar de tiosulfato

El método de la modificación de la azida, elimina las interferencias causadas por nitritos comunes en efluentes de sistemas de tratamiento biológico y muestras de DBO incubados

Se recomienda el uso de esta técnica si las muestras contiene mas de 50 mg/L de $\text{NO}_2\text{-N}$ y no mas de 1 0 mg/L de hierro (II), en caso contrario se le adiciona 1 mL de fluoruro de potasio antes que la muestra sea acidificada Además deben estar ausente otros agentes reductores u oxidantes El método se puede aplicar en presencia de 100 0 a 200 0 mg/L de ion férrico

Procedimiento

- 1 A una muestra de 300 0 mL contenida en una botella de OD, se adiciona 2 0 mL de solución de sulfato de manganeso seguidos por 2 0 mL de solución de álcali, yoduro, nitruro bajo la superficie del líquido

Luego se puede preservar a 20 °C Se tapa cuidadosamente para eliminar todas las burbujas de aire, se mezcla por inversión por lo menos 15 veces y se preserva a 20 °C

- 2 Cuando el sedimento ha dejado una superficie sobrenadante clara sobre los flóculos de hidróxido de manganeso, se agita otra vez Después de menos dos minutos de que ha sedimentado nuevamente y ha quedado por lo menos 100 0 mL de sobrenadante transparente, cuidadosamente se remueve la tapa e inmediatamente se agrega 2 0 mL de H₂SO₄ concentrado, se deja correr por el cuello de la botella, se tapa nuevamente y se mezcla invirtiendo varias veces hasta que la disolución sea completa Se distribuye el yodo uniformemente antes de retirar de la botella la cantidad necesaria para la titulación Se toma un volumen de 203 0 mL en un frasco erlenmeyer previamente calibrado a esta medida
- 3 Titular con una Solución de tiosulfato 0 025 N hasta alcanzar un color amarillo palido Se adiciona 1 0 mL de solución de almidón y se continua la titulación hasta la primera desaparición del color azul No se toma en cuenta las siguientes reaparición del color debido a efectos catalíticos de sustancias interferentes

Cálculos

Para Oxígeno Disuelto

Para 200 0 mL de muestra original 1 0 mL de tiosulfato 0 025 N equivalente a 1 mg/L OD

Método del electrodo de membrana

Equipo

Entre las marcas que han sido evaluadas y de buena sensibilidad están

Analizador de OD wester & stack modelo 30

Yeview spring instruments (YSI) modelo 54 y 57

Analizador de oxígeno Beckman Hieldlab

Fundamento

El método del electrodo para oxígeno disuelto es recomendado principalmente para las muestras que contienen materiales que interfieren con el procedimiento de winkler modificado Ejemplo el sulfito, tiosulfato, politionato, mercaptano, cloro libre o hipoclorito, sustancias orgánicas fácilmente hidrolizables en soluciones alcalinas, yodo libre, color y turbiedad intensa y flóculos biológicos También se recomienda usar este método cuando se realiza programas de vigilancia en ríos, lagos, lagunas, etc , donde se desea obtener un registro continuo del contenido de oxígeno disuelto del cuerpo de agua sometido a estudio

En la determinación de DBO, cuando no se desea perder la muestra midiendo el OD, este método puede sustituir al método de winkler

Procedimiento

Se siguen las instrucciones del manual de operación proporcionado por el fabricante del equipo

Cálculos

Referirse al manual de instrucciones del fabricante

Parámetro : Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología : AOAC (Official Methods of Analysis) 14 y 16 Edición 1984-1995

Método : Titrimétrico (Método 1, método azida)

Materiales

Pipetas graduadas de 10.0 mL (en 0.1 mL)

Botellas de DBO de 250.0 a 300.0 mL

Reactivos

Solución alcalina yodada - sodio azida (Disolver 500 g de NaOH (o 700 g de KOH) + 135 g NaI (o 150 g de KI) en agua destilada, para diluir a 950 mL y enfriar suavemente con agitación, añadir una solución de 10 g de NaN₃ en 40 mL de agua, diluir y acidificar la solución hasta que no de más color con el indicador de almidón)

Solución de sulfato de manganeso (364 g de MnSO₄ en agua destilada/1 litro)

Solución estándar de potasio-biyodato 0.025N

Solución fluoruro de potasio (40 g de KF · 2H₂O en 100 mL de agua destilada)

Solución estándar de tiosulfato de sodio 0.1N y 0.025N

Solución indicadora de almidón

Procedimiento

Adicionar todos los reactivos, excepto el H₂SO₄, bien debajo de la superficie de la muestra con pipetas de 10.0 mL graduadas en 0.1 mL, con la punta de aproximadamente 50 mm

Adicionar 2.0 mL de una solución sulfato de manganeso (MnSO₄) y 2.0 mL de una solución alcalina biyodada - sodio - azida (I-NaN₃) a la muestra en botellas de DBO de 250.0 ó 300.0 mL, volver a colocar los tapones, excluyendo el aire de las burbujas, e invertir a diferentes tiempos hasta mezclar. Dejar flocular y repetir el mezclado (agua con alta concentración de cloruro, requiere 10 minutos en contacto con el precipitado)

Después de flocular tiene que dejar 100.0 mL sobrenadante limpio, remover el tapón y adicionar 2.0 mL de H₂SO₄ abajo del cuello de la botella (Si > 100 ppm Fe⁺³ esta presente, adicionar 1.0 mL de solución KF antes de acidificar). Volver a tapar y mezclar por inversión hasta que el yoduro este uniformemente distribuido. Inmediatamente titular 203.0 mL (3.0 mL es asignado para los reactivos adicionales) con Na₂S₂O₃ 0.025N hasta color amarillo pálido. Adicionar 1.0 -2.0 mL de indicador almidón y titular hasta que desaparezca el color azul. No tomar en cuenta la reaparición del color azul

Cálculos

$$\text{ppm de oxígeno disuelto} = (\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 0.025N} * 0.2 / 200) * 1000$$

Parámetro Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología AOAC (Official methods of Analysis) 14 y 16 Ed 1984 - 199

Método Permanganato - Método II

Reactivos

Solución alcalina yodada (500 g de NaOH + 135 g de NaI en agua destilada a 950 mL)

Solución de oxalato de potasio 2%

Solución permanganato de potasio (6.3 g para 1 litro de agua destilada)

Solución de tiosulfato de sodio 0.1N

Procedimiento

Adicionar a la muestra, 0.70 mL de H₂SO₄ y luego una solución de 1 mL permanganato de potasio (KMnO₄). Si la muestra es alta en hierro, también adicionar 1.0 mL de una solución fluoruro de potasio (KI). Si es necesario, adicionar una solución adicional de KMnO₄ para mantener el tinte violeta 5 minutos, (si se requiere más de 5 mL, preparar una solución fuerte de KMnO₄ para evitar la dilución de la muestra)

Después de 5 minutos, decolorar con suficiente solución de oxalato, (usualmente 0.5 - 1.0 mL) entre 2 - 10 minutos. Adicionar 2.0 mL de solución de sulfato de manganeso (MnSO₄), y de 3.0 mL de solución alcalina yodada (I₂). Tapar la botella y mezclar. Dejar que precipite por 20 segundos, dejar que sedimente hasta aproximadamente 100.0 mL que el sobrenadante claro este presente. Acidificar con 2.0 mL de H₂SO₄, titular, usando 205.0 mL de tiosulfato de sodio

Cálculos

$$\text{ppm Oxígeno Disuelto} = (\text{mL Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ 0.025N} \times 0.2/200) \times 1000$$

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: AOAC (official methods of analysis) 14 y 16 Edition 1984 – 1995

Método: pomeroy – Kirshman – alsterberg (Método III)

Reactivos

Solución de sulfato de manganeso (364 g de $MnSO_4$ en un litro de agua destilada)

Solución alcalina yodada - sodio – azida (Disolver 400 g de NaOH en 500 mL de agua destilada hervida y enfriada. Enfriar lentamente y luego añadir 900 g de NaI, mezclar. Disolver 10 g de NaN_3 , en 40 mL de agua destilada. Adicionar suavemente con agitación hasta alcalinizar la solución yodada, llevándolo a un volumen total mayor o igual a 1 L.

Solución de tiosulfato de sodio

Ácido sulfúrico concentrado

Procedimiento

A la muestra, adicionarle 2.0 mL de solución $MnSO_4$, y 2.0 mL de solución alcalina yodada - sodio - azida ($I_2 - NaN_3$). Tapar y mezclar por inversión. Después el precipitado tiene que sedimentar, luego agregar 2.0 mL de H_2SO_4 mezclar, titular usando 20.3 mL de tiosulfato de sodio.

Cálculos

$$\text{ppm Oxígeno Disuelto} = (\text{mL } Na_2S_2O_3 \ 0.025N \times 0.2/200) \times 1000$$

Parámetros: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: de Winkler o yodométrico (modificación triazo)

Materiales

Botellas de 250 0 – 300 0 mL

Buretas automáticas de 50 0 mL

Pipetas graduadas

Matraces erlenmeyer de 500 0 mL

Reactivos (ver pág 109)

Solución de sulfato manganeso¹

Reactivo de alcalino yodada de azida²

Acido sulfúrico concentrado

Solución de almidón

Solución estándar de tiosulfato de sodio³

Solución estándar de biyodato de potasio 0 0021M

Solución de fluoruro de potasio (40g de KF 2H₂O diluir con agua destilada para 100 0 mL

Fundamento

El método yodométrico es el más preciso y confiable de los procesos titrimétricos para análisis de OD. Esta basado en la adición de una solución divalente de manganeso, seguida de un álcali fuerte a la muestra, en una botella de vidrio con tapón. El OD es rápidamente oxidado en una cantidad equivalente del precipitado dispersado de Hidróxido de manganeso.

En presencia de iones yoduros en una solución ácida, revertir el manganeso oxidado al estado divalente, con la liberación de yoduro equivalente al contenido original de OD. El yoduro es posteriormente titulado con una solución estándar de tiosulfato y el punto final de la titulación puede ser detectado visualmente con una solución de almidón como indicador, o electrometricamente con un potenciometro.

Procedimiento

- 1 Recolectar las muestras en botellas de 250 0 mL o 300 0 mL y agréguele 1 0 mL de solución de MnSO₄, seguidamente agregar 1 0 mL de reactivo alcalino yodada de triaza si la pipeta esta dentro de la muestra, enjuáguela antes de utilizarla en los frascos de los reactivos
- 2 Mantener el extremo de la pipeta sobre la superficie del líquido y cuando este agregando los reactivos hágalo cuidadosamente para evitar las burbujas de aire y mézclelo invirtiendo la botella, pocas veces
- 3 Cuando el precipitado desarrollado sea suficiente (aproximadamente la mitad del volumen de la botella) lavar el sobrenadante con una floculación de hidróxido de manganeso, agréguele 1 0 mL de H₂SO₄ concentrado, tápelo nuevamente y mézclelo invirtiéndolo cuidadosamente hasta que la disolución sea completa

- 4 Titular un volumen correspondiente a 200 0 mL de la muestra original y después corrija la pérdida de la muestra por adición de reactivos. Así para total de 2 0 mL (cada 1 0 mL de MnSO_4 y reactivo álcali yodada de azida) en un frasco de 300 0 mL, titular $200 \times 300 / (300 - 2) = 201 0$ mL
- 5 Titular con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0 025 M hasta que se presente un color tenue
- 6 Agregar unas pocas gotas de solución de almidón y continúe la titulación hasta que desaparezca la coloración azul primario, el punto final, al realizar una retrovaloración con una solución yodada 0 0025 M agregando gota a gota o adicionando un volumen medido de la muestra tratada
- 7 Corregir la cantidad de solución de biyodada o muestra, después de la recoloración debida, el efecto catalítico de nitrito a las trazas de sales férricas tiene que ser complementadas con fluoruro

Cálculos

Para una titulación de 200 0 mL de muestra, 1 0 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0 025M equivalente a 1 mg/L OD

Precisión y tendencia

OD puede ser determinado con una precisión expresada como una desviación estándar, de cerca de 20 $\mu\text{g/L}$ en agua destilada y cerca de 60 $\mu\text{g/L}$ en aguas de desechos y efluentes

En presencia de una interferencia apreciable, a nivel con sus propias modificaciones, la desviación estándar posiblemente sea alta como de 100 $\mu\text{g/L}$

Grandes errores posiblemente ocurran en las pruebas de aguas, teniendo sólidos orgánicos suspendidos o una contaminación pesada

¹Disolver 480 0 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ + 400 0 g de $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ o 364 0 g $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, diluir y filtrar con agua destilada para un litro

² Disolver 500 0 g de NaOH (o 700 g de KOH) y 135 0 g de NaI (o 150 0 g de KI) disolverlo en agua destilada y diluir a un litro. Añada 10 0 g de NaN_3 , disolver en 40 0 mL de agua destilada

³ Disolver 6 0205 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Añada 1 5 mL de NaOH 6N o 0 4 g de NaOH sólido y diluir a 1000 0 mL estandarizar con solución de biyodato

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: Modificación permanganato

Materiales

Botella de 250 – 300 mL

Pipeta graduada

Matraces erlenmeyer

Reactivos

Solución de permanganato de potasio (6.3 g de KMnO_4 + agua destilada para 1 litro)

Solución de oxalato de potasio (2.0 g de $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ H_2O en 100.0 mL de agua destilada)

Acido sulfurico concentrado

Solución de KF

Solución de MnSO_4 (ver pág 109⁽¹⁾)

Solución reactivo de álcali – yodada – azida (ver pág 109⁽²⁾)

Solución de almidón

Estándar de tiosulfato de sodio (ver pág 109⁽³⁾)

Solución estándar de biyodato de potasio 0.0021M

Fundamento

El uso de la modificación en permanganato, solamente es para muestras conteniendo hierro ferrico

Interferencias de alta concentración de hierro ferrico (arriba de 100 miligramos por litro), puede ser vencido por la adición de 1.0 mL de fluoruro de potasio y azida con tal que el final de la titulación es hecha inmediatamente después de la acidificación

Este procedimiento es inefectivo por la oxidación de sulfito, tiosulfato, politionato o de materia orgánica en aguas de desechos

Procedimiento

- 1 Para una muestra recolectada en un frasco de 250.0 - 300.0 mL, adicionar abajo de la superficie 0.70 mL de ácido sulfúrico concentrado, 1.0 mL de solución de KMnO_4 y 1.0 mL de solución de KF. Taparlo e inmediatamente mezclarlo por inversión. Nunca adicione más de 0.7 mL de H_2SO_4 concentrado como primer paso del pretratamiento
- 2 adicionar ácido sulfúrico, con una pipeta graduada de 1.0 mL hasta 0.1 mL
- 3 Adicionar suficiente solución de KMnO_4 para obtener un matiz violeta que persiste por 5 minutos. Si el color del permanganato es destruido en un tiempo corto, adicionar una solución adicional de KMnO_4 , para evitar demasiado exceso
- 4 Remover el color del permanganato completamente, adicionandole de 0.5 a 1.0 mL de una solución de $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Mezclar bien y dejarlo verticalmente a oscuras, para facilitar la reacción

- 5 El exceso de oxalato, causa resultados bajos, adicionar solamente lo necesario de $K_2C_2O_4$ (oxalato de potasio) para decolorar completamente el exceso de permanganato (más de 0.5 mL)
- 6 Completar la decoloración de 2 a 10 minutos y si es imposible la decoloración de la muestra, fuera de la adición de un exceso grande de oxalato, el resultado del OD será inexacto
- 7 Adicionar 1.0 mL de una solución de $MnSO_4$ y 3.0 mL de álcali – yodada – azida (reactivo), tapar, mezclar y dejar que se forme el precipitado en un tiempo corto, acidificar con 2.0 mL de H_2SO_4 concentrado
- 8 Cuando 0.7 mL de ácido, 1.0 mL de solución KF, 1.0 mL de solución $KMnO_4$, 1.0 mL de solución de $K_2C_2O_4$, 1.0 mL de solución $MnSO_4$ y 3.0 mL de álcali – yodada – azida (o un total de 7.7 mL, de reactivos), son utilizados en un frasco de 300.0 mL, tomar $200 \times 300 / (300 - 7.7) = 205.0$ mL por titulación
- 9 Titular con $Na_2S_2O_3$ 0.025 M, hasta que se presente un color tenue
- 10 Agregar unos pocas gotas de solución de almidón y continúe la titulación hasta que desaparezca la coloración azul primaria, el punto final ha desaparecido, realizar una retrovaloración con una solución de biyodato 0.0021 M agregando gota a gota o adicionando un volumen medido de la muestra tratada
- 11 Corregir la cantidad de solución de biyodato o muestra, después de la recoloración debida, el efecto catalítico de nitrito o las trazas de sales férricas no tienen que haber sido complementadas con fluoruros

Cálculos:

Para una titulación de 200.0 mL de muestra

$$1 \text{ mL } 0.025M \text{ Na}_2S_2O_3 \text{ equivalente a } 1 \text{ mg/L OD}$$

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th Edition 1995

Método: Modificación de la floculación de alumbre

Materiales

Frasco de vidrio cerrados de 500 0 – 1000 0 mL con tapón

Pipetas graduadas

Matraz, erlenmeyer

Reactivos

Solución de alumbre (10 g $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ + 100 0 mL de agua destilada)

Hidróxido de amonio concentrado

Solución de sulfato de manganeso (ver pág 109⁽¹⁾)

Reactivo álcali – yodada – azida (ver pág 109⁽²⁾)

Acido sulfúrico concentrado

Solución de almidón

Solución estándar de tiosulfato de sodio (ver pág 109⁽³⁾)

Solución estándar de biyodato de potasio 0 0021 M

Solución de fluoruro de potasio (40 0 g de $KF \cdot 2H_2O$ diluir con agua destilada para 100 0 mL)

Fundamento

Es una floculación de alumbre y amoniaco concentrado, posteriormente se valora la muestra con una solución de tiosulfato de sodio, y finalmente se detecta visualmente el cambio de color, agregándole una solución de almidón como indicador

Procedimiento

- 1 Recolectar la muestra en un frasco de vidrio cerrado de 500 0 – 1000 0 mL de capacidad, usando algunas precauciones para regular el OD en las muestras
- 2 Adicionar 10 0 mL de solución de alumbre y 1 0 a 2 0 mL de hidróxido de amonio concentrado, taparlo e invertirlo suavemente, cerca de 1 minuto
- 3 Dejar que la muestra se asiente, cerca de 10 minutos y sacar el sobrenadante cloro, dentro de un frasco de OD de 250 0 – 300 0 mL, hasta que se derrame
- 4 Evitar que la muestra tenga aeración y mantenerla cerrada y sumergida todo el tiempo
- 5 Lavar el sobrenadante con una floculación de hidróxido de manganeso, agregar 1 0 mL de ácido sulfúrico concentrado, tápelo nuevamente y mézclelo invirtiendo cuidadosamente hasta que la disolución sea completa
- 6 Titular el volumen correspondiente a 200 0 mL de la muestra original y después corrija la pérdida de la muestra, por adición con reactivo
Así para un total de 2 0 mL (cada 1 0 mL) de $MnSO_4$ y el reactivo de álcali – yodada – azida en un frasco de 300 0 mL, titular con 201 0 mL ($200 \times 300 / (300 - 2) = 201 0$ mL)

- 7 Titular con $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 M hasta que se presente un color tenue. Agregar unas pocas gotas de solución de almidón y continúe la titulación hasta que desaparezca la coloración azul primaria.

- 8 Si el final es excesivo, realizar una retrovaloración con una solución estándar de biyodato de potasio 0.0021 M agregando gota a gota o adicionando un volumen medido de la muestra tratada.
Corregir la cantidad de solución de biyodato o la muestra, después de la recoloración debida, al efecto catalítico de nitritos o las trazas de sales férricas que no tiene que haber sido complementadas con fluoruros.

Cálculos

Para una titulación de 200 mL de muestra

1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025 M equivalente a 1 mg/L DO

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: APHA (standard methods of water and wastewater) 19th edition, 1985

Método: Sulfato de cobre – ácido sulfámico (modificación – floculación)

Materiales

Frasco erlenmeyer de 250 0 – 300 0 mL

Pipetas graduadas

Botellas de 250 0 – 300 0 mL

Reactivos

Solución inhibidora de sulfato de cobre – ácido sulfámico (ver pág 111)

Solución de sulfato de manganeso (ver pág 109(1))

Reactivo álcali – yodada – azida (ver pág 109(2))

Acido sulfúrico concentrado

Solución de almidón

Solución estándar de tiosulfato de sodio (ver pág 109(3))

Solución de fluoruro de potasio (40 0 g de KF 2H₂O diluir con agua destilada para 100 0 mL)

Fundamento

Es una floculación de hidróxido de manganeso y ácido sulfurico concentrado, luego se titula con una solución de tiosulfato de sodio hasta observar el cambio de color, agregando almidón como indicador

Procedimiento

- 1 Adicionar 10 0 mL de CuSO₄ – NH₂SO₂OH inhibidor, para un litro en un frasco de vidrio tapado
- 2 Insertar el frasco en la muestra, hasta llenar la botella con un tubo que llegue al fondo y derramarlo solamente de un 25 a 50 % de la capacidad del frasco, recolectar la muestra, tajarla, y mezclarla invirtiendola
- 3 Dejar que los sólidos suspendidos sedimenten y sacar relativamente el sobredante claro en un frasco de 250 0 a 300 0 mL de OD
- 4 Lavar el sobrenadante con una floculación de hidróxido de manganeso, agregar 1 0 mL de H₂SO₄ concentrado, tápelo nuevamente y mézclelo invirtiéndolo cuidadosamente hasta que la disolución sea completa
- 5 Titular el volumen correspondiente a 200 0 mL de la muestra original y después corrija la pérdida de la muestra por la adición de reactivos
Así un total de 2 0 mL (cada 1 0 mL) de MnSO₄ y el reactivo de álcali – yodada – azida en un frasco de 300 0 mL, titular con 201 mL ($200 \times 300 / (300 - 2) = 201$ mL)
- 6 Titular con Na₂S₂O₃ 0 025 M, hasta que se presente un color tenue
Agregar unas pocas gotas de solución de almidón y continúe la titulación hasta que desaparezca la coloración azul primaria
- 7 El punto final es excesivo, al realizar una retrovaloración con una solución biyodato 0 0021 M agregando gota por gota o adicionando un volumen medido de la muestra tratada

- 8 Corregir la cantidad de solución de biyodato o la muestra después de la valoración debida al efecto catalítico de nitrito o las trazas de sales férricas tienen que no tienen que ser complementadas con fluoruro

Cálculos

Para una titulación de 200 0 mL de muestra

1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0 025 M equivalente a 1 mg/L OD

Solucion inhibidora de sulfato de cobre - ácido sulfámico

Disolver 32 0 g de $\text{NH}_2\text{SO}_4\text{OH}$ grado reactivo sin calentar en 475 mL de agua destilada.
Disolver 50 0g de $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en 500 mL de agua destilada Mezclar las dos soluciones y añadir 25 0 mL de ácido acético concentrado

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: Manual Merck 9 ed

Método: Volumétrico de Winkler

Materiales

Botella de oxígeno transparente con tapón de vidrio biselado (de 110 0 – 130 0 mL)

Pipetas graduadas

Reactivos

Solución de almidón con yoduro de cinc

Solución de cloruro de manganeso (II) (800 0 g de $MnCl_2$ (II) para 1 litro de agua desionizada)

Solución de hidrogeno carbonato amónico (70 g para 185 mL de agua desionizada)

Solución de hidróxido sódico, con yoduro potásico (ver pág 117)

Solución de tiosulfato sódico 0 01 N

Solución de tiosulfato sódico 0 0125 N

Acido fosfórico

Fundamento

Se llena hasta desbordamiento una botella de oxígeno con el agua, luego se le agrega una solución de cloruro de manganeso II y una solución de hidroxido sódico que contiene yoduro potásico, se agita Después se succiona el liquido sobrenadante y se disuelve con ácido fosfórico Posteriormente se deja la botella en reposo El yodo liberado se valora con tiosulfato sódico 0 01 N o 0 0125 N hasta que el color haya desaparecido

Procedimiento

- 1 Llenar una botella de oxígeno, hasta desbordamiento de 110 0 – 130 0 mL de contenido con indicación exacta del contenido a 0 1 mL, evitando burbujas de aire
- 2 Introducir con pipetas de oxígeno 0 5 mL de solución de cloruro de manganeso (II) y 0 5 mL de solución de hidróxido sódico que contenga yoduro potásico, se cierra la botella sin que queden burbujas de aire y se agita fuertemente
- 3 Después de depositarse el precipitado, se separa o se succiona el líquido límpido sobrenadante y se disuelve, este en 2 0 mL de ácido fosfórico La botella cerrada se deja en reposo durante 10 minutos a oscuras
- 4 Valorar el yodo liberado con una solución de tiosulfato sódico 0 01 N (o 0 0125 N), añadiendo solución de almidón con yoduro de cinc, hasta que desaparezca el color La solución con yoduro de cinc se añade solamente al final de la valoración, esto es cuando el líquido se haya vuelto amarillo claro

Cálculos

- 1 mL de solución de tiosulfato sódico 0 01 N equivale a 0 08 mg de O_2

$$\text{mg/L de O}_2 = \frac{a * 0.08 * 1000}{v - b}$$

donde

a = mL consumidos de solución de tiosulfato sódico 0.01 N

v = volumen de la botella de oxígeno en mL

b = mL de agua desplazada por los reactivos añadidos (1.0 mL) utilizando una solución de 0.0125 N de tiosulfato sódico. 1.0 mL de solución de tiosulfato sódico 0.0125 N equivale a 0.1 mL de O₂

$$\text{mg/L de O}_2 = \frac{2.100}{v - b}$$

Los resultados se dan en valores redondeados a 1.0 mg/L de O₂

Solución de hidróxido sódico, con yoduro potásico

Se disuelven 360 g de hidróxido sódico en lentejas para análisis, 200 g de KI neutro para análisis y 5 g de azida sódica en un matraz aforado en agua desionizada hasta completar un volumen de 1000 mL, filtrar a través de amianto o lana de vidrio

Parámetro: Oxígeno Disuelto (OD)

Metodología: Manual Merck 9 ed

Método: análisis volumétrico con el método de diferencia de yodo según Ohle

Materiales

Botellas de oxígeno de vidrio transparente con tapón de vidrio biselado (de 110 0 – 130 0 mL)

Pipetas o jeringas graduadas de 5 0 o 10 0 mL, división 0 05 mL

Reactivos

Solución de hidróxido sódico, con yoduro potásico (ver pág 119)

Solución de cloruro de magnesio (150 g de $MgCl_2$ + 200 mL de agua desionizada y hervida)

Solución de cloruro de manganeso (II) – cloruro de magnesio (ver pág 119)

Solución de tiosulfato sódico 0 01 N

Solución de tiosulfato sódico 0 0125 N

Solución de yodo (ver pág 119)

Fundamento

Este método es adecuado para la determinación de Oxígeno Disuelto en concentraciones mayores de 0 5 mg/L de O_2 en presencia de sustancias que consuman yodo y oxidantes de naturaleza orgánica e inorgánica.

El método se basa en el análisis de una muestra principal y una paralela, tratándolas con una solución de yodo, luego se les agrega una solución de cloruro de manganeso (II) - cloruro de magnesio y de hidróxido sódico conteniendo yoduro potásico en la botella principal y a la botella paralela se le agrega una solución de cloruro de magnesio e hidróxido sódico con yoduro potásico

Después de depositarse los precipitados, se disuelven con ácido clorhídrico y se valoran las soluciones con una solución de tiosulfato sódico hasta que desaparezca el color

Procedimiento

- 1 Llenar hasta rebosar dos botellas de oxígeno, designadas con Pr (muestra principal) y Pa (muestra paralela), evitando burbujas de aire, con el agua a investigar
- 2 Colocar en el fondo con una pipeta o jeringa 1 0 mL de solución de yodo (equivalente 4 mg de I_2) en los dos casos Si la cantidad de yodo no es suficiente, puede aumentarse
- 3 Cerrar las botellas sin dejar burbujas de aire, agitar bien, y en caso de que no se continúe operando inmediatamente, se guardan a oscuras en agua o envueltas en trapos húmedos
- 4 Agregar sucesivamente 1 0 mL de solución de cloruro de manganeso (II) – cloruro de magnesio y 1 0 mL de solución de hidróxido sódico que contenga yoduro potásico a la botella “Pr” y 1 mL de solución de cloruro de magnesio y 1 0 mL de solución de hidróxido sódico que contenga yoduro potásico a la botella “Pa”

- 5 Cerrar ambas botellas sin dejar burbujas de aire y agitarlas bien Después de depositarse los precipitados se separa o se succiona el líquido límpido sobrenadante
- 6 Disolver los precipitados, cada uno en 30 mL de ácido clorhídrico y valorar las soluciones con solución de tiosulfato sódico 0.01 N o 0.0125 N hasta que desaparezca el color, añadiendo solución de yoduro de cinc- almidón (al final de la valoración)

Cálculos

1 mL de solución de tiosulfato sódico 0.01 N equivalente a 0.08 mg de O₂

2 mL de solución de tiosulfato sódico 0.0125 N equivalente a 0.1 mg de O₂

$$\text{mg/L de O}_2 = \left[\frac{(B - p) 1000}{V_p - 3} + \frac{(H - B) 1000}{V_H - 3} \right] * 0.08$$

B= valor en blanco de la solución de yodo, valorada frente a solución de tiosulfato sódico 0.01 N, en mL

p= mL consumidos de solución de tiosulfato sódico 0.01 N en la muestra paralela

Pr= mL consumidos de solución de tiosulfato sódico 0.01 N en la muestra principal

V_{pa}= contenido de la botella de la muestra paralela en mL

V_{pr}= contenido de la botella de la muestra principal en mL

Empleando una solución de tiosulfato sódico 0.0125 N se multiplica en la fórmula por 0.1 en lugar de por 0.08

La fórmula vale para la adición de 100 mL de solución de yodo en las botellas Si hubiese sido necesario más solución de yodo, debe tenerse en cuenta esto en el cálculo

Si la muestra de agua contiene sustancias oxidantes que liberen yodo, entonces es P_a mayor que B Para los resultados se dan valores redondeados a 0.1 mg/L

Solución de hidróxido sódico, con yoduro potásico:

Se disuelve 200 g de hidróxido sódico en lentejas para análisis, 100 g de KI neutro para análisis y 3 g de azida sódica en 400 mL de agua desionizada hervida

Solución de cloruro de manganeso (II) - cloruro de magnesio:

Se disuelve 100 g de MgCl₂ (II) para análisis y 50 g de MgCl₂ para análisis en 200 mL de agua desionizada, hervida y filtrar

Solución de yodo:

Disolver 5 g de yodo sublimado para análisis y 100 g de yoduro potásico neutro para análisis en 80 mL de agua desionizada, hervida (volumen total unos 114.0 mL)

PARTE III

MANUALES DE

PROCEDIMIENTOS

**MANUAL DE
CONTROL DE
CALIDAD
ANALITICA**

INDICE

| | PAG |
|--|-----|
| INTRODUCCION | i |
| 1 GARANTIA Y CONTROL DE CALIDAD | 2 |
| 1 1 DEFINICIÓN DE LOS OBJETIVOS ANALÍTICOS | 2 |
| 1 2 SELECCIÓN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS | 3 |
| 1 3 EVALUACIÓN DE LA PRECISIÓN Y DEL ERROR SISTEMÁTICO DENTRO DEL LABORATORIO | 3 |
| 2 MANEJO DE DATOS Y PRESENTACIÓN DE INFORMES | 4 |
| 2 1 INTRODUCCIÓN | 4 |
| 2 2 CALIBRACIONES | 4 |
| 2 3 MEDICIONES ANALÍTICAS | 5 |
| 2 4 CIFRAS SIGNIFICATIVAS | 5 |
| 2 5 PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS EN INFORMES | 5 |
| 2 6 FORMULARIOS PARA LA PRESENTACIÓN DE INFORMES | 6 |
| 2 7 CUADERNOS USADOS EN EL LABORATORIO | 6 |
| 2 8 SUGERENCIAS PARA EL USO DE CUADERNO DE NOTAS | 6 |
| 2 9 EJEMPLO DE UN REGISTRO DE MUESTRAS Y PROCEDIMIENTOS PARA PRESENTAR UN INFORME | 7 |
| 2 10 PROCEDIMIENTO PARA CUSTODIA DEL LABORATORIO | 7 |
| 3 DISEÑO PARA LAS ESTIMACIONES PRELIMINARES DE LA PRECISIÓN Y DE LOS ERRORES SISTEMÁTICOS | 7 |
| 4 PROCEDIMIENTOS DE CALIBRACIÓN | 8 |
| 4 1 CALIBRACIÓN MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA UV - VISIBLE | 8 |

ANEXOS

USOS DE CIFRAS SIGNIFICATIVAS Y SU REDONDEO

ALEATORIEDAD

NUMEROS MUESTREADOS EN FORMA ALEATORIA

CONTROL INTERNO DENTRO DEL LABORATORIO DE pH

FORMATOS PARA EL REGISTRO DE LOS DATOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALITICA

DETERMINACIÓN DE LA CURVA DE PATRON POR REGRESIÓN LINEAL

CONTROL DE CALIDAD ANALITICA DE LABORATORIO TECNICA VOLUMETRICA - PARAMETRO ESTABLE

CORRECCION DE RESULTADOS POR EL TESTIGO

ESTIMACIÓN DE LA PRESICIÓN EN EL CONTROL INTERNO DEL LABORATORIO

PRUEBAS DE RECUPERACIÓN DE LA ADICIÓN

CONTROL DE CALIDAD ANALITICA DE LABORATORIO (TECNICA COLORIMETRICA)

CONTROL ESTIMADO DE LA PRESICIÓN EN EL LABORATORIO

PRUEBA DE RECUPERACIÓN DE LA ADICIÓN

CONTROL DE CALIDAD ANALITICA DE LABORATORIO AUTOANALIZADOR Y ELECTRODOS

CONTROL ESTIMADO DE LA PRESICIÓN EN EL LABORATORIO

COMPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTANDAR

CONTROL ENTRE LABORATORIOS

DETERMINACIONES DE ERRORES SISTEMATICOS ENTRE LABORATORIOS

INTRODUCCION

El presente manual de control de calidad analítica ha sido desarrollado, para que el laboratorio de la facultad de Química y Farmacia cuente con una metodología apropiada que le permita evaluar la calidad de los resultados obtenidos durante los análisis. El diseño de este control analítico deberá cumplirse por todos los miembros del laboratorio con el fin de obtener resultados más confiables.

En general se promueve el uso de este programa para evaluar la precisión de los resultados analíticos, a fin de establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en casos necesarios. (12)

1. GARANTÍA Y CONTROL DE CALIDAD

La “garantía de la calidad” se refiere a las actividades necesarias que permiten que los resultados de un programa de muestreo y medición sean confiables. En general implica la ejecución de buenas prácticas de laboratorio y de cuidados que deben tenerse en las mediciones de campo.

Un programa completo de garantía de la calidad debe prestar atención a las técnicas de muestreo y preservación, servicios de laboratorio, calibración, operación y mantenimiento de los equipos e instrumentos, material de vidrio, calidad de los reactivos y productos químicos, manejo de datos, entrega de la información oportuna y requerimientos de personal para el laboratorio.

El término “control de calidad” se refiere a la aplicación rutinaria de procedimientos estadísticos basados en datos obtenidos en el laboratorio que permiten evaluar la precisión de los resultados analíticos para establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en casos necesarios.

1.1 Definición de los objetivos analíticos

Para obtener buenos resultados analíticos e información confiable, se debe tener una clara definición del parámetro a medir, el rango de concentración de interés y la exactitud con que se requieren los resultados.

El término exactitud, dentro de un programa de control de calidad, se usa para indicar el error total de un resultado, es decir, la exactitud de estos resultados representa la combinación del error sistemático y del aleatorio. La exactitud aumenta a medida que disminuye el error total.

Si “el cliente” no especifica sus requerimientos de exactitud o error aceptable, el laboratorio asumirá los siguientes objetivos analíticos:

- 1 El error total de un resultado analítico no debe exceder el límite de detección requerido o el 30% del resultado obtenido, tomando como base el mayor valor disponible.
- 2 El error sistemático no debe exceder la mitad del límite de detección requerido o el 15% del valor medido, cualquiera que sea el mayor.
- 3 La desviación estándar que rige la distribución de la frecuencia de los resultados analíticos individuales no debe exceder la cuarta parte del límite de detección requerido o el 7.5% del valor obtenido, cualquiera que sea el valor mayor.

En el caso del pH, se sugiere que el error sistemático no exceda de 0.1, y que la desviación estándar no exceda de 0.05 unidades.

Asimismo, si “el cliente” no especifica los límites de detección, se adoptarán los valores indicados en el siguiente cuadro (5)

Metas para los límites de detección del laboratorio de aguas

| Parámetros | Agua potable, superficial y subterránea | Aguas residuales mg/L |
|------------------------------|---|--------------------------|
| DBO (Oxígeno) | 2 0 | 5 0 |
| DQO (Oxígeno) | 5 0 | 50 0 |
| Oxígeno disuelto (Oxígeno) | 0 1 | 0 1 |
| Sólidos suspendidos | 1 0 | 10 0 |
| Sólidos totalmente disueltos | 5 0 | 50 0 |

Al fijar los límites de detección requeridos, se debe tener en consideración los siguientes aspectos

- 1 Los límites de detección para análisis de aguas residuales o de aguas potables (superficial o subterránea) son diferentes, debido a que los datos de análisis de efluentes son menos exigentes de lo que deberían ser
- 2 Los límites de detección que se requieren para la mayoría de los parámetros de agua potable, superficial y subterránea, representan la décima parte de los valores guías (máximas) de calidad de agua
- 3 En la mayoría de los casos, los límites de detección de parámetros medidos en aguas residuales son diez veces mayores que los límites de detección usados para aguas superficiales

1.2 Selección de los métodos analíticos

La selección de los métodos analíticos se hace de acuerdo a los objetivos definidos, dichos métodos deben ser capaces de medir el parámetro específico en los rangos de concentración de interés y con la exactitud requerida

Los métodos analíticos están definidos y redactados en forma clara en un manual de laboratorio, de tal manera que los analistas pueden seguir fielmente el procedimiento señalado

El proceso de muestreo puede constituir otra fuente importante de error sistemático. Se presume que la muestra que se recibe en el laboratorio es una muestra representativa de la masa de agua que desea caracterizar. La metodología debe especificar el tipo de envases adecuados para las muestras, la forma de preservación (si es necesaria) y el tiempo permisible entre la colecta de la muestra y el análisis correspondiente

1.3 Evaluación de la precisión y del error sistemático dentro del laboratorio

La precisión de los resultados analíticos depende de muchos factores que la metodología no puede controlar

Por lo tanto, el laboratorio necesita estimar, en forma experimental, la desviación estándar de los resultados con el fin de obtener la precisión que busca. Si no logra obtener la

desviación estándar que requiere, antes de realizar cualquier otra prueba, debe ejecutarse un trabajo que conlleve a eliminar las fuentes de error. Y por ende, el aumento de su precisión.

Limites de advertencia

Según el procedimiento estadístico usado para definir los límites de advertencia, aproximadamente el 5% de todos los resultados se pueden encontrar fuera de estos límites.

Limites de rechazo o acción

Según el procedimiento estadístico usado para definir los límites de rechazo, se espera que sólo cerca del 0.3% de los resultados sobrepase estos valores. Si el resultado está fuera de estos límites, se dice que el análisis está “fuera de control”, para lo cual deben determinar cual ha sido la causa.

Los resultados de los análisis de muestras desconocidas, obtenidos el mismo día en que se obtuvo el resultado erróneo de la muestra de control, se consideran poco confiables (rechazados) y se deben volver a realizar, después de que se verifique que el procedimiento está bajo control.

Cuando los límites de advertencia y rechazo sobrepasan, el jefe de la sección debe supervisar, tomar decisiones y ejecutar las acciones adecuadas al caso.

2. MANEJO DE DATOS Y PRESENTACIÓN DE INFORMES

2.1 Introducción

Los procedimientos específicos para el manejo de datos y la presentación de informes, se basan en el proceso general adaptado para el programa de control de calidad analítica. Se reconoce que pueden existir errores en los análisis físicos y químicos de las muestras ambientales, pero al mismo tiempo, se definen los procedimientos para limitar errores a niveles aceptables.

2.2 Calibraciones

En algunos métodos es posible tener curvas de calibración “permanentes”, tales como las usadas en espectrofotometría visible, la curva estándar inicial incluye un blanco y una serie de por lo menos ocho estándares que comprenden la escala completa de concentración que se usa en el análisis rutinario de las muestras. Luego se analizan por lo menos, dos estándares (uno alto y otro bajo) y un blanco o testigo de reactivos para verificar la curva de calibración. Con cada nuevo lote de reactivos se debe establecer una nueva curva estándar.

En el caso de análisis de unas cuantas muestras donde se elabora una curva de calibración para cada lote puede tomar mucho tiempo, si se conoce que la curva de calibración es lineal, esta se puede reemplazar por un factor para hacer el cálculo más simple.

En este método, se usa un patrón o estándar de concentración parecida al de la muestra. La concentración C_x de la muestra se calcula mediante la siguiente fórmula:

$$C_m = \frac{(S_m - S_b) c_p}{S_p - S_b}$$

En donde S_m , S_p y S_b representa las señales o repuestas analíticas de la muestra, solución patrón o estándar y del blanco, respectivamente, y C_p la concentración del patrón o estándar. Cuando las curvas de calibración no son lineales, se usa el método de los dos estándares o método soporte. Este método consiste en seguir los procedimientos tal como está indicado, lo cual no necesariamente significa que la curva de calibración deje de ser una fuente de error sistemático, sino que hace falta tomar en cuenta el error en este particular.

En la calibración de algunas medidas, tales como el pH, conductividad, etc. se usan procedimientos especiales según las instrucciones especificadas por el fabricante.

2.3 Mediciones analíticas

En la elaboración de los informes, es necesario el redondeo de algunas cifras de los resultados analíticos, sin embargo, cuando se registran los datos experimentales no se hace un redondeo de las cifras.

Para el laboratorio es muy importante que todos los datos analíticos primarios (sin procesar) queden registrados en forma adecuada, lo que permite responder a preguntas sobre resultados experimentales anteriores.

2.4 Cifras significativas

Este término indica el número de cifras que se usan para reportar un resultado analítico. Por lo general, en un informe, el número de cifras es un tanto arbitrario y puede depender del método, especialmente en el nivel de trazos. El número de cifras no es un indicador de la precisión de un valor. El error determinado en forma experimental se indica en forma separada, a partir de las estimaciones de la precisión y del error sistemático. Para mayores detalles, concierne a las reglas de uso de cifras "significativas" y del "redondeo" (véase el anexo 1).

2.5 Presentación de los resultados en informes

Como una guía general se sugiere que, se informen los resultados analíticos con tres cifras significativas. Esto asegurará que los resultados redondeados no sobrepasen 0.5 %, exactitud suficiente para las necesidades generales.

Como alternativa el resultado R con un número de cifras significativas, podría expresarse como $R + C$, donde C representa los límites confiables. El método de control de calidad analítica, se aplica si las estimaciones experimentales del desvío patrón se conocen, tanto para la muestra de control, como para la muestra de interés.

Los resultados menores que el límite de detección (LD) se registran como " $< (LD)$ " y se debe informar el valor para cada parámetro.

Los límites de detección deben calcularse en forma experimental a partir de la variabilidad de las mediciones del blanco

A los valores de muestras ligeramente mayores, que los del límite de detección no debe dárseles demasiada importancia cuantitativa, debido al alto nivel de error aleatorio asociado con mediciones analíticas de bajas concentraciones. En el límite de detección experimental, el error aleatorio es equivalente, aproximadamente al 60% del valor del parámetro

El tratamiento de los resultados menores que los límites de detección en cálculos posteriores dependen del uso que se dará a los resultados. Con este propósito, es útil asignar el valor de $(LD/2)$. El uso de este valor en lugar de fracción de LD es arbitrario, pero evita que el resultado en el informe sea igual a cero o al (LD)

2.6 Formularios para la presentación de informes

Cada parámetro analítico cuenta con los formularios correspondientes para presentar los informes. Por lo general, estos incluyen el detalle de análisis (como la lectura de la bureta), la absorbancia, la longitud de onda, la normalidad de las soluciones patrón, blancos, y factores de corrección, y los cálculos del dato que aparece en el informe (el anexo 2, contiene formularios para la presentación de informes en el laboratorio)

2.7 Cuadernos usados en el laboratorio

Estos cuadernos sirven para registrar
 Los análisis que se van a realizar
 Las muestras que se van a analizar (números de registro)
 Lecturas analíticas
 Cálculos registrados
 Resultados
 Observaciones durante los análisis

2.8 Sugerencias para el uso de cuadernos de notas

- a) Usar cuaderno rayado o cuadriculado con páginas numeradas
- b) Las primeras cuatro páginas se reservan para el índice
- c) Cuando los parámetros cuenten con formulario de datos, en este se deben registrar los datos, los cálculos y adjuntarlos al cuaderno del laboratorio. El analista debe firmar la hoja y colocar la fecha de inserción, en el cuaderno y en la hoja de datos, todos los datos deben ser registrados con lapicero
- d) No se debe borrar, solo se puede tachar, de tal manera que el valor aun sea legible y anotar el motivo por el cual el dato fue descartado
- e) En la parte superior de cada hoja se pone los datos y el título del análisis
- f) En cada hoja al final del registro se firma y pone la fecha de los análisis
- g) Se traza una línea sobre las partes de la hoja que no se usarán
- h) Se debe escribir claramente, para que cualquier otra persona no familiarizada con estos procedimientos, sea capaz de interpretar las cifras
- i) El jefe del laboratorio debe firmar y fechar al cuaderno cada semana y cada vez que se cambie por uno nuevo

2 9 Ejemplo de un registro de muestras y procedimientos para presentar un informe

Las siguientes actividades deben llevarse a cabo con todas las muestras que se analizan en el laboratorio

- a) Recepción de la(s) muestra(s) Esta se efectúa mediante una hoja de solicitud de trabajo o una carta a la dirección del laboratorio Luego el jefe de laboratorio evalúa dicha solicitud de acuerdo a la capacidad analítica del laboratorio
- b) La solicitud de trabajo se registran en el cuaderno de laboratorio o archivo de la computadora
- c) La(s) muestra(s), conjuntamente con la solicitud de trabajo, se entregan a los profesionales del área correspondiente
- d) El jefe asigna el trabajo al personal de las diferentes secciones
- e) Los analistas informan a sus jefes de sección sobre los datos sin procesar
- f) Los profesionales responsables de la sección o el jefe de laboratorio someten los datos a revisión
- g) Los profesionales de las secciones revisan los datos y garantizan la calidad de los mismos
- h) Los datos se presentan al asistente de control de calidad, quien adjunta su opinión y los presenta al jefe de laboratorio
- i) Los resultados se presentan al área técnica correspondiente para que los incorporen en sus informes o los remitan a los "clientes"

2 10 Procedimientos para la custodia del laboratorio

El asistente de laboratorio es la persona designada para vigilar todas las muestras que se reciben

Una vez ingresada la muestra con la hoja de solicitud de trabajo, la responsabilidad de la custodia se transfiere a los profesionales encargados de las secciones correspondientes

3. DISEÑO EXPERIMENTAL PARA LAS ESTIMACIONES PRELIMINARES DE LA PRECISION Y DE LOS ERRORES SISTEMATICOS

Los procedimientos de calibración y control de calidad, señalan la necesidad de acumular datos de las mediciones de los patrones de control y de las muestras, con el fin de elaborar cartas de control De otro lado, deben recolectarse datos durante un período de tiempo de patrones, muestras y muestras enriquecidas, todas por duplicado

Debe ponerse énfasis en el diseño experimental de recolección de datos necesarios para estimar en forma preliminar la precisión y los errores sistemáticos

El diseño experimental permite realizar los siguientes cálculos

- (1) Precisión en el análisis de las soluciones patrón
- (2) Precisión en los análisis de muestras reales
- (3) Precisión de errores sistemáticos (ejemplo las interferencias) en el análisis de muestras reales

(4) Límites de detección, (LD)

Si se quiere tener un medio para la identificación y corrección de las fuentes de errores aleatorios, el diseño experimental debe completar la obtención del desvío patrón de los componentes internos de cada uno de los lotes o entre lotes de mediciones

4. PROCEDIMIENTOS DE CALIBRACION

4.1 Calibración mediante espectrofotometría ultravioleta – visible

Procedimientos generales

Para el análisis mediante espectrofotometría ultravioleta – visible es posible preparar curvas de calibración “permanentes” se refiere a que una curva de calibración puede usarse con varios lotes de análisis, durante varios meses

Se prepara una nueva curva de calibración, cuando los patrones muestran un cambio de la pendiente o cuando se comienza un nuevo lote de reactivos

La curva estándar inicial debe incluir un blanco reactivo y, por lo menos, ocho estándares que cubran toda la escala de concentraciones que se usarán en los análisis rutinarios del laboratorio

El instrumento debe ponerse en cero con agua destilada, a este punto se denomina “línea del blanco”

El blanco “de reactivos” se refiere a la respuesta analítica (ej absorbancia) causada por los reactivos cuando se analiza agua pura que no contiene el parámetro

Las curvas de calibración pueden ser lineales y no lineales. Cuando es lineal, generalmente se aplica la ley de Beer

Para definir la curva de calibración que mejor representa la relación entre la absorbancia (A) y la concentración (C) se puede usar cálculos de regresión lineal de la siguiente manera

$$A = mC + b$$

Donde

A= absorbancia

C = concentración

Se puede demostrar que

$$m = \frac{n\sum AC - \sum A\sum C}{n\sum C^2 - (\sum C)^2} \quad y$$

$$b = \sum A/n - m \sum C/n$$

donde

m = pendiente de la curva de calibración (o factor de calibración)

b = intersección del valor de absorbancia o del eje "Y"

n = número de observaciones (lote de valores de C y de A)

Estos cálculos también pueden realizarse utilizando una computadora o calculadora manual para elaborar el análisis de regresión

Ej m = 0 0493
 b = 0 035

La ecuación de la mejor línea se da mediante la siguiente ecuación

$$A = 0 0493 C + 0 035$$

Con el fin de trazar estos valores en un papel cuadrículado, se sustituye simplemente dos valores para C, se calculan los valores correspondientes a A, se ubican los dos puntos en un gráfico y se unen con una línea recta. Ej C = 0, A= 0 035 y C= 10 0, A= 0 528. Estos valores pueden ser marcados y trazando una línea recta.

En algunos casos, se puede corregir el blanco, entonces cambia el procedimiento analítico. En un lote de análisis se procesan las muestras y el blanco, luego se substraen el valor de absorbancia del blanco del mismo valor de la muestra. Entonces

$$C = \frac{A}{\text{Factor de Calibración}}$$

Usando el ejemplo anterior, el factor de calibración es 0 0493, por lo tanto la concentración se puede calcular de la siguiente manera

$$C = \frac{A}{0 0493}$$

5. MANEJO DE INFORMACIÓN ESTADÍSTICA

En base a esta información existen ya metodologías específicas y validadas principalmente por el programa de control de calidad y desarrollo de laboratorios elaborados por la OPS/CEPIS (Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente) Programa de Salud y Ambiente Organización Panamericana de la Salud Oficina Sanitaria Panamericana – Oficina Regional de la Organización Mundial de la Salud, el ejemplo de esto se puede presentar en los siguientes anexos

ANEXOS

ANEXO 1

USO DE CIFRAS SIGNIFICATIVAS Y SU “REDONDEO”

Las cifras significativas deben emplearse de acuerdo con las siguientes normas

- 1 El número cero puede ser o no una cifra significativa
- 2 Los ceros finales, luego de un punto decimal, son cifras significativas Ej para aproximarse mas al miligramo, la cantidad de 9 8 gramos se describe 9 800 gramos
- 3 Los ceros que se encuentren antes del punto decimal y estén precedidos por dígitos diferentes de cero, se consideran como cifras significativas
Si el cero está precedido por cifras no diferentes de cero, no es significativo, Ej los ceros en la cifra 100 8 son significativos, mientras que en la cifra 0 8, no lo es
- 4 Si no hay ningún dígito diferente de cero antes del punto decimal, los ceros que están después del punto decimal, pero que preceden a otro dígito diferentes de cero no son significativos Estos ceros sólo indican la posición del punto decimal Ej 0 00042 los ceros no son significativos
- 5 Los ceros finales de una cifra pueden o no ser significativos
- 6 Determinar si los ceros pueden ser eliminados expresando el número en forma exponencial
Ej $0\ 00042 = 4\ 2 \times 10^{-4}$, los ceros no son significativos

Para redondear los resultados analíticos, se debe seguir la siguiente guía

- 1 Si el dígito que sigue es menor que 5, entonces se omite y la cifra conservada permanece invariable Ej, 11 44 se redondea 11 4
- 2 Si el dígito que después del punto decimal es igual o mayor que 5, entonces se omite y la ultima cifra conservada se eleva en 1 Ej 11 45 se redondea a 11 5, y en 11 46 el 4 se convierte en 5, la cifra redondea a 11 5

Para el redondeo de los resultados de operaciones aritméticas, se debe seguir los siguientes pasos :

- 1 Cuando se suma una serie de numeros, la suma debe redondearse de acuerdo con el sumando con menor número de decimales, la operación debe realizarse con todos los decimales, el redondeo será posterior Ej

$$\begin{array}{r} 11.1 \\ 11.12 \\ + \quad \underline{11.13} \\ \hline 33.35 \end{array}$$

la suma debe redondearse a 33.4

- 2 Cuando se resta un número de otro, el redondeo debe realizarse después de la resta, para evitar la posible invalidación de la operación
- 3 Cuando se multiplican dos números en la operación, se toman en cuenta todos los dígitos. El producto se redondea de acuerdo al número de dígitos significativos del multiplicando que tenga el menor número de dígitos
- 4 Cuando dos números se dividen, todos los dígitos se toman en cuenta. Luego, el cociente se redondea de acuerdo con el número de dígitos significativos del divisor o dividendo, sea cual sea el menor

ANEXO 2

ALEATORIEDAD

Dentro de cada lote las muestras se analizan en forma aleatoria (de acuerdo al diseño experimental), esto permite eliminar los efectos de cambios sistemáticos en factores que no pueden ser controlados y que pueden dar lugar a falsas conclusiones. El orden de las mediciones de un grupo de análisis pueden fijarse, mediante el uso de cuadros con números aleatorios. Si se van a realizar “Z” mediciones en cada lote, para cada prueba se asigna un número de cero ($Z=1$). De esta manera, un diseño experimental con determinaciones por duplicado debe ser como sigue:

| Análisis | Números asignados |
|-------------------------------|-------------------|
| Blanco | 0 y 1 |
| 0.2 mg/L | 2 y 3 |
| 1.0 mg/L | 4 y 5 |
| Muestra de agua | 6 y 7 |
| Muestra de agua (enriquecida) | 8 y 9 |

Se comienza por cualquier punto de los números aleatorios y, siguiendo la columna, divide cada número aleatorio entre 2 y registre el resto, si los números resultantes son 3, 8, 2, 5, 1, 7, 9, 4, 6, 0, primero se analiza “enriquecida, luego por la de 0.2 mg/L (ver cuadro anterior)

Cuadro 2
 NUMEROS MUESTREADOS EN FORMA ALEATORIA

| | | | | | | | | | |
|------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| 2017 | 4228 | 2317 | 5966 | 3861 | 0210 | 8610 | 5155 | 9252 | 4425 |
| 7449 | 0449 | 0304 | 1033 | 5370 | 1154 | 4863 | 9460 | 9149 | 5738 |
| 9470 | 4931 | 3867 | 2342 | 2965 | 4088 | 7871 | 3718 | 4864 | 0657 |
| 2215 | 7815 | 6984 | 3252 | 3254 | 1512 | 5402 | 0137 | 3837 | 1293 |
| 9329 | 1218 | 2730 | 3055 | 9187 | 5057 | 5851 | 4936 | 1253 | 9640 |
| 4504 | 7797 | 3614 | 9945 | 5295 | 6985 | 0383 | 5187 | 8556 | 2237 |
| 4491 | 9949 | 8939 | 9460 | 4849 | 0677 | 6472 | 5926 | 0851 | 2557 |
| 1623 | 9102 | 1996 | 4759 | 8965 | 2784 | 3092 | 6337 | 2624 | 2366 |
| 0450 | 6504 | 6565 | 8242 | 7051 | 5504 | 6147 | 8883 | 9934 | 8237 |
| 3270 | 1772 | 0361 | 6626 | 2471 | 2277 | 8833 | 1778 | 0892 | 7349 |
| 0364 | 5907 | 4295 | 8139 | 0641 | 2081 | 9234 | 5190 | 3908 | 2142 |
| 6249 | 0090 | 6786 | 9348 | 3183 | 1907 | 6768 | 4903 | 2747 | 5203 |
| 6100 | 9586 | 9836 | 1403 | 4888 | 5107 | 3340 | 0686 | 3376 | 6857 |
| 8903 | 9049 | 2874 | 2104 | 0996 | 6045 | 2203 | 5280 | 0179 | 3381 |
| 0172 | 3385 | 5240 | 6007 | 0671 | 8927 | 1429 | 5524 | 8579 | 3196 |
| 2756 | 4979 | 3434 | 3222 | 6053 | 9117 | 3326 | 4470 | 9314 | 9970 |
| 4905 | 7448 | 1055 | 3525 | 2428 | 2022 | 3566 | 6634 | 2635 | 9123 |
| 4974 | 3725 | 9726 | 3394 | 4223 | 0128 | 5958 | 9269 | 0366 | 7382 |
| 2026 | 2243 | 8808 | 1985 | 0812 | 4765 | 6563 | 5607 | 9785 | 5679 |
| 4887 | 7796 | 4339 | 7693 | 0879 | 2218 | 5455 | 9375 | 9726 | 9077 |
| 0872 | 8746 | 7573 | 0011 | 2707 | 0520 | 3085 | 2221 | 0467 | 1913 |
| 9597 | 9862 | 1727 | 3142 | 6471 | 4622 | 3275 | 1932 | 2099 | 9485 |
| 3799 | 5731 | 7040 | 4655 | 4612 | 2432 | 3674 | 6920 | 7210 | 9593 |
| 0579 | 5837 | 8533 | 7518 | 8871 | 2344 | 5428 | 0048 | 9623 | 6645 |
| 5585 | 6342 | 0079 | 9122 | 2901 | 4139 | 5140 | 3665 | 2611 | 7832 |
| 6728 | 9625 | 6836 | 2472 | 0385 | 4924 | 0569 | 6486 | 0819 | 9121 |
| 8586 | 9478 | 3259 | 5182 | 8643 | 7384 | 4560 | 8957 | 0687 | 0815 |
| 4010 | 6009 | 0588 | 7844 | 6313 | 5825 | 3711 | 1847 | 7562 | 5221 |
| 9455 | 8948 | 9080 | 7780 | 2689 | 8744 | 2374 | 6620 | 2019 | 2652 |
| 1163 | 7777 | 2320 | 3362 | 6219 | 2903 | 9415 | 5637 | 1409 | 4716 |
| 6400 | 2604 | 5455 | 3857 | 9462 | 6840 | 2604 | 2425 | 0361 | 0120 |
| 5094 | 1323 | 7841 | 6058 | 1060 | 8846 | 3021 | 4598 | 7096 | 3689 |
| 6698 | 3796 | 4413 | 4505 | 3459 | 7585 | 4897 | 2719 | 1785 | 4851 |
| 6691 | 4283 | 6077 | 9091 | 6090 | 7962 | 5766 | 7228 | 0870 | 9603 |
| 3358 | 1218 | 0207 | 1940 | 2129 | 3945 | 9042 | 5884 | 8543 | 9567 |
| 5249 | 4016 | 7240 | 7305 | 5090 | 0204 | 9824 | 0530 | 2725 | 2088 |
| 7498 | 9399 | 7830 | 7947 | 9692 | 4558 | 4037 | 8976 | 8441 | 7468 |
| 5026 | 5430 | 0188 | 6957 | 5445 | 6988 | 2321 | 0569 | 9344 | 0532 |
| 4946 | 6189 | 3379 | 9684 | 2834 | 1935 | 2873 | 3959 | 5634 | 9707 |
| 1965 | 1344 | 7839 | 7388 | 6203 | 3600 | 2596 | 8676 | 6790 | 2168 |

| | | | | | | | | | |
|------|------|------|------|------|------|------|-------|------------------|------|
| 6417 | 4767 | 8759 | 8140 | 7261 | 1400 | 2828 | 5586 | 2338 | 1615 |
| 1843 | 9737 | 6897 | 5656 | 5795 | 0188 | 1189 | 4807 | 4260 | 1192 |
| 6558 | 6087 | 5109 | 9661 | 1553 | 6681 | 6688 | 4475 | 3701 | 2888 |
| 7990 | 3100 | 9114 | 8565 | 3175 | 4315 | 4593 | 6478- | 3453 | 8802 |
| 0723 | 0015 | 5905 | 1609 | 9442 | 2040 | 6376 | 6567 | 3411 | 9410 |
| 9008 | 1424 | 0151 | 9546 | 3032 | 3319 | 0014 | 1928 | 4051 | 9260 |
| 5382 | 6202 | 2182 | 3413 | 4103 | 1285 | 6530 | 0097 | 5630 | 1545 |
| 9817 | 2615 | 0450 | 7625 | 2033 | 5484 | 3931 | 2333 | 5964 | 9627 |
| 0891 | 1244 | 8240 | 3062 | 4550 | 6454 | 6517 | 8925 | 5 ⁰¹¹ | 9995 |
| 3721 | 4677 | 8487 | 6739 | 8554 | 9737 | 3341 | 1174 | 9 | 2962 |

Cada dígito representa una muestra independiente de una población en la cual los dígitos del 0 al 9 son igualmente probables, es decir, cada dígito tiene una probabilidad de 0 10

CONTROL INTERNO DENTRO DEL LABORATORIO DE pH

RANGO DE TRABAJO 4 00 a 9 00 unidades de pH

MATERIALES - REACTIVOS Y EQUIPO

- 1 Se utilizará
- 1 1 Agua destilada
- 1 2 Muestra de agua natural
- 1 3 Solución tampón de pH 7 00
- 1 4 Solución tampón de pH 4 00
- 1 5 Solución tampón de pH 9 00
- 1 6 Vidriería común de laboratorio
- 1 7 Potenciómetro para medir pH
- 1 8 Formularios de reporte de resultados/autoanalizador y electrodos

PROCEDIMIENTO

- 2 Calibrar el pHmetro como sigue
- 2 1 En un vaso de 100 ml colocar aproximadamente 50 ml de las soluciones tampón pH 4 00 (1 3) pH 7 00 (1 4) y pH 9 00 (1 5)
- 2 2 Lavar el electrodo con agua destilada y secar con papel absorbente
- 2 3 Sumergir el electrodo en la solución tampón pH 7 00 (1 4) y ajustar el aparato a este valor, si es necesario, hacer corrección de temperatura
- 2 4 Lavar el electrodo, secarlo y sumergirlo en una solución tampón pH 4 00 (1 3) Ajustar el aparato a este valor

- 2.5 Lavar el electrodo, secarlo y sumergirlo en una solución tampón pH 9.00 (1.5) La lectura no debe diferir en más de 0.1 unidades del valor teórico (deje estabilizar el aparato, pues normalmente los electrodos tienen respuesta lenta en medio alcalino)
- 3 Numerar 8 vasos de 100 ml con los números 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7 y 8
- 4 Colocar en los vasos aproximadamente 50 ml de las siguientes soluciones

| Balón | Solución |
|-------|-------------------------------|
| 1 y 2 | Solución tampón pH 4.00 (1.3) |
| 3 y 4 | Solución tampón pH 7.00 (1.4) |
| 5 y 6 | Solución tampón pH 9.00 (1.5) |
| 7 y 8 | Agua natural (1.2) |

- 5 Efectuar las lecturas de pH de las soluciones en el orden indicado en la guía de reporte de resultados (1.8)
- 6 Anotar los datos y lecturas en el formulario apropiado (1.8)

NOTA Esta operación será repetida 6 veces de acuerdo con las instrucciones del formulario

FORMATOS PARA EL REGISTRO DE LOS DATOS DE CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA

- 1 Curva de calibración
- 2 Análisis colorimétricos - parámetro inestable
- 3 Análisis volumétricos - parámetro estable
- 4 Análisis mediante el uso de autoanalizadores y electrodo
- 5 Comparación de patrones (ortofosfatos, cloruros y pH)
- 6 Control entre laboratorios

DETERMINACIÓN DE LA CURVA PATRÓN POR REGRESIÓN LINEAR

Este método podrá ser utilizado si no se dispone de una calculadora o una computadora que pueda efectuar la regresión linear deseada. En el caso que sí se disponga de una calculadora, programable o estadística, se puede obviar este método.

Este método permite determinar la curva patrón de los pares de datos usualmente manipulados en los laboratorios.

Se debe definir el caso que va a ser aplicado y efectuar los cálculos siguiendo el método. Normalmente son suficientes 5 ó 6 puntos para determinar la curva. Se recomienda no adoptar curvas con una linealidad inferior a 99.5%.

Datos Experimentales

| n | C | x | L(A) | y |
|----|---|---|------|---|
| 1 | | | | |
| 2 | | | | |
| 3 | | | | |
| 4 | | | | |
| 5 | | | | |
| 6 | | | | |
| 7 | | | | |
| 8 | | | | |
| 9 | | | | |
| 10 | | | | |

C es la concentración de los estándares, L es la lectura del aparato. Complete las columnas x e y usando, si fuese necesario, las fórmulas de los ítems 1, 2 y 3, de acuerdo al caso.

Función de correspondencia $y = a + bx$

- 1 y es función lineal de x caso típico de las lecturas en absorbencia.
Luego, $y = L$, $x = C$ y la ecuación será $A = a + bC$
- 2 y es función lineal de $\log x$ caso típico de las lecturas de potencial eléctrico (milivolts = mV).
Luego, $x = \log C$, $y = L$ y la ecuación será $mV = a + b \log C$
- 3 $\log y$ es función lineal de x caso típico de las lecturas en transmitancia (%T).
Luego, $y = \log T/100$, $x = C$ y la ecuación será $\log T/100 = a + bC$

| n | x_i | y_i | $x_i y_i$ | x_i^2 | y_i^2 |
|--------------|-------|-------|-----------|---------|---------|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| 6 | | | | | |
| 7 | | | | | |
| 8 | | | | | |
| 9 | | | | | |
| 10 | | | | | |
| Σ | I | II | III | IV | V |
| $(\Sigma)^2$ | VI | VII | --- | --- | --- |
| /n | VIII | IX | --- | --- | --- |

Nota VI = (I)² , VII = (II)² , VIII = I/n , IX = II/n

$$b = \frac{\sum x_i y_i - (\sum x_i/n, \sum y_i/n)}{\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2/n} = \frac{III - (VIII II)}{IV - VI/n}$$

$$a = \sum y_i/n - (b \sum x_i/n) = I\lambda - (bVIII)$$

Linealidad

$$r^2 = \frac{[\sum x_i y_i - (\sum x_i \sum y_i/n)]^2 100}{[\sum x_i^2 - (\sum x_i)^2/n] [\sum y_i^2 - (\sum y_i)^2/n]}$$

$$r^2 = \frac{(III - I II/n)^2 \times 100}{(IV - VI/n) (V - VII/n)}$$

Cálculo de la concentración para cada caso

1 Lecturas en absorbencia $C = (A - a)/b$

2 Lecturas en mV

$$C = \frac{(mV - a) / b}{10}$$

3 Lecturas en transmitancia $C = (-\log T/100 - a)/b$

4 Función de la curva

$$A = (a) 0 002 + (b) 0 449C \quad (A = a + bC)$$

donde

(a) = coeficiente linear,

(b) = coeficiente angular,

C = concentración,

A = absorbancia = $(-\log T/100)$

CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA DE LABORATORIO
TÉCNICA VOLÚMETRICA - PARÁMETRO ESTABLE

LABORATORIO _____

DIRECCIÓN _____

DETERMINACIÓN DE _____

MÉTODO (descripción resumida) _____

ÁMBITO DE CONCENTRACIÓN DE _____ A _____ (C) mg/l _____

MARCA Y TIPO DEL EQUIPO USADO _____ N° _____

PROCEDENCIA DEL ESTÁNDAR (fabricante, lote, forma, etc) _____

INDICACIONES SOBRE LA PROCEDENCIA DE LA MUESTRA NATURAL _____

INDICACIONES SOBRE LA PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA _____

OBSERVACIONES

- ◆ El agua destilada usada en los testigos y en la preparación de soluciones, inclusive en la solución estándar para la adición, debe ser siempre la misma (homogénea)
- ◆ La solución estándar y el estándar para la adición deberán ser preparadas inmediatamente antes de cada medición, a partir de la solución patrón
- ◆ El volumen del estándar para la adición no deberá ser mayor del 5% del volumen de la muestra natural a ser usada
- ◆ Si hubiera alguna modificación en la metodología propuesta, informar por escrito cuál sería la modificación y el procedimiento adoptado
- ◆ Recolectar un volumen de muestra que sea suficiente para todas las mediciones

1 ESTIMACIÓN DE LA PRECISIÓN EN EL CONTROL INTERNO DEL LABORATORIO

1.1 Soluciones

| Solución N° | Descripción |
|-------------|--|
| 1 y 2 | Determinación del testigo |
| 3 | Solución estándar $\approx 0.9 C$ max mg/l |
| 4 | Solución estándar $\approx 0.09 C$ max mg/l |
| 5 | Muestra de agua natural $\approx 0.4 C$ max |
| 6 | Muestra de agua natural + Adición estándar = $(\approx 0.4 C + 0.5 C) = (\approx 0.9 C)$ |
| C = mg/l | <u>C</u> concentración máxima del parámetro que cubre el ámbito del método |

1.2 Tabulación de las lecturas en mililitros y orden aleatorio

| Prueba No | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha |
| | Result No | Result No | Result No | Result No | Result No | Result No |
| 1 | 6 | 4 | 2 | 6 | 3 | 3 |
| 2 | 4 | 5 | 1 | 1 | 6 | 4 |
| 3 | 3 | 3 | 3 | 2 | 1 | 1 |
| 4 | 1 | 1 | 4 | 4 | 5 | 6 |
| 5 | 2 | 6 | 6 | 5 | 2 | 2 |
| 6 | 5 | 2 | 5 | 3 | 4 | 5 |

OBSERVACIONES

- ◆ Se recomienda marcar con el número de código de las soluciones toda la vidriería utilizada (balones, erlenmeyers, vasos, etc)
- ◆ Si la titulación se realiza con una bureta manual, leer el volumen usado en la titulación con la precisión de 0.01 ml
- ◆ Las seis pruebas deben ser realizadas en un mismo día y las mediciones en seis días útiles consecutivos. No tiene importancia el día en que se empieza

1.3 Corrección de resultados por el testigo

Factor usado para obtener los resultados _____

Los datos para la elaboración de este cuadro vienen del ítem 1.2

| Resultados corregidos por el testigo (mg/l) | | | | | | | | Media |
|---|---|--------|--------|--------|--------|--------|--------|------------|
| Solución | | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 | x (GMC) |
| Testigo | 1 | | | | | | | |
| | 2 | | | | | | | |
| Solución 0.9 C mg/l | 3 | | | | | | | |
| Solución 0.09 C | 4 | | | | | | | |
| Muestra | 5 | | | | | | | |
| Muestra + adición | 6 | | | | | | | |

OBSERVACIONES

- ◆ Para obtener los resultados analíticos en cada lote, el primer testigo medido debe ser restado de cada una de las mediciones
- ◆ Los resultados deberán ser expresados con una cifra decimal más que las usadas de costumbre

1.4 Codificación de los resultados

| Testigo | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|-----------------------|---|------------------------|---|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Lotes | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-1} (X - b)$ | | | | | | $\Sigma L^2/n$ | | |
| | | | | | | $(\Sigma L)^2/nm$ | | |

| Solución Estándar 0.9 C mg/l | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|------------------------------|---|------------------------|---|---|---|------------------|---|------------------------------|
| | | Lotes | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | Σx |
| Código | | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-1} (X - b)$ | | | | | | $(\Sigma X)^2/6$ | | |

OBSERVACIONES

- ◆ Los resultados de cada solución deben ser codificados, a fin de obtener los valores naturales más simples. La fórmula utilizada es $x = 10^{-1}(X-b)$, donde X es el resultado original, b se selecciona por inspección aproximadamente igual a la media y a es un factor para transformar los valores a números enteros y pequeños.
- ◆ Los resultados individuales deben ser elevados al cuadrado y sumados, a fin de obtener Σx^2 .

- ◆ Por lo general si existiesen \underline{n} resultados en cada una de las \underline{m} corridas, $(\Sigma L)^2$ se divide por $\underline{m.n}$ y ΣL^2 se divide por \underline{n}
- ◆ La suma total debe coincidir tanto en las líneas como en las columnas es decir $\Sigma L = \Sigma x$
- ◆ Los datos a ser codificados son los del ítem 1 3

| Solución Estándar 0 09 C mg/l | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|----------------------------------|------------------------|---|---|---|---|---|------------------------------|
| | Lotes | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 L = x | | | | | | | Σx |
| Código | | | | | | | Σx^2 |
| x = 10 (X -) | | | | | | | $(\Sigma X)^2/6$ |

| Muestra | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|----------------|------------------------|---|---|---|---|---|------------------------------|
| | Lotes | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 L = x | | | | | | | Σx |
| Código | | | | | | | Σx^2 |
| x = 10 (X -) | | | | | | | $(\Sigma X)^2/6$ |

| Muestra + Adición Estándar | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|----------------------------|------------------------|---|---|---|---|---|------------------------------|
| | Lotes | | | | | | |
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 L = x | | | | | | | Σx |
| Código | | | | | | | Σx^2 |
| x = 10 (X -) | | | | | | | $(\Sigma X)^2/6$ |

OBSERVACIONES

- ◆ Los datos a ser codificados son los del ítem 1 3

| Solución | Fuente de Variabilidad | | | | | | | | | |
|---------------------------|------------------------|--------------------------------|-----------------|----------------------|--------------------------|--------------------|----------------------|--------------------------|-------------------|--|
| | Suma de los Cuadrados | | | | | Grados de Libertad | | | Cuadrados Medidos | |
| | Entre lotes SQ_1 | Dentro del lote SQ_0 | Total SQ_t | Entre lotes N_1 | Dentro del lote N_0 | Total N_t | Entre lotes M_1 | Dentro del lote M_0 | | |
| Testigo | $SQ_1 = \sum L^2/n$ | $SQ_0 = \sum x^2 - \sum L^2/n$ | $SQ_1 + SQ_0$ | $N_1 = m - 1$ | $N_0 = m(n-1)$ | $N_t = N_1 + N_0$ | $M_1 = SQ_1/N_1$ | $M_0 = SQ_0/N_0$ | | |
| Solución - 0.9 C mg/l | | | | | | | | | | |
| Solución - 0.09 C mg/l | | | | | | | | | | |
| Muestra | | | | | | | | | | |
| Muestra + adición | | | | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Por lo general, $N_1 = m-1$ y $N_0 = m(n-1)$, donde m es el número de lotes y n es el número de réplicas en cada lote de mediciones
- ◆ Los datos que son necesarios para realizar los cálculos de arriba se encuentran en el ítem 1 4

1.6 Cálculo de las desviaciones estándar y decodificación

| | | Testigo | Solución 0.9 C mg/l | Solución 0.09 C mg/l | Muestra | Muestra + Adición |
|--|---------|---------|------------------------|-------------------------|---------|----------------------|
| (del ítem 1.5) $S_d^2 = M_0$ | S_d^2 | | | | | |
| Varianza codificada | | | | | | |
| $S_0^2 = M_1$ | Se^2 | | | | | |
| Desviaciones estándar codificados | | | | | | |
| $S_d = \sqrt{S_d^2}$ | S_d | | | | | |
| $Se = \sqrt{Se^2}$ | Se | | | | | |
| Desviaciones estándar decodificados. La decodificación se hace dividiendo los codificados por 10^4 (1.4) | S_d | | | | | |
| | Se | | | | | |
| Gran media de las concentraciones (GMC) (1.3) | | | | | | |

Estimación del límite de detección

L.D = 5.5 S_d (del testigo) = _____ mg/l _____
 El límite de detección será aceptable si fuese menor o igual a _____
 El L.D es aceptable? _____

1.7 Prueba para verificar si las desviaciones estándar son aceptables (mg/l)

| | Testigo | Solución Estándar 0.9 C mg/l | Solución Estándar 0.09 C mg/l | Muestra de Agua Natural | Muestra de Agua Natural + Adición Estándar |
|---|----------|---------------------------------|----------------------------------|-------------------------|--|
| St | | | | | |
| Concentración (GMC) (1.6) | | | | | |
| W (meta a alcanzar) (*) | 5% GMC | | | | |
| | 0.25 VMI | | | | |
| St < W ? | | | | | |
| SI Meta de precisión alcanzada NO Meta de precisión no alcanzada Revisar metodología analítica | | | | | |

OBSERVACIONES

- ◆ (*) La meta W corresponde a 5% de la concentración (GMC) o 0.25 veces el valor mínimo de interés, aquel que fuese mayor. Por ejemplo, el valor mínimo de interés puede ser el valor máximo deseado (VMD) establecido por norma.
- ◆ Para obtener W, como meta, determine el 5% de la concentración promedio de cada solución y 25% del valor mínimo de interés (VMI). El resultado mayor entre ambos será W. (GMC x 0.05 ó 0.25 x VMI será W, el que resulte mayor)
- ◆ El valor mínimo de interés para el parámetro en cuestión es _____ mg/l

2 PRUEBA DE RECUPERACIÓN DE LA ADICIÓN

2.1 Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar

| Prueba | Muestra adicionada - Muestra sin adición (mg/l) | | | | | |
|----------------|---|--------|--------|--------|--------|--------|
| | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 |
| M | | | | | | |
| M ² | | | | | | |

$$\Sigma M = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\Sigma M^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$(\Sigma M)^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$(\Sigma M)^2/6 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$R = \Sigma M/6 \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\Sigma M^2 - (\Sigma M)^2/6 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$[\Sigma M^2 - (\Sigma M)^2/6] : 5 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$S = \sqrt{[\Sigma M^2 - (\Sigma M)^2/6] : 5} =$$

2.2 Cálculo de la recuperación esperada y límite de confianza de la recuperación del promedio mayor

$$U = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

$$V = \underline{\hspace{2cm}} \text{ ml}$$

$$C = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

$$v = \underline{\hspace{2cm}} \text{ ml}$$

Recuperación esperada

$$d = \frac{v (C - U)}{V + v} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

OBSERVACIONES

- ◆ Los datos necesarios en 2.1 se encuentran en 1.3. El resultado de la primera porción de la muestra natural (5) ha sido substraído de la primera porción de la muestra con adición (6).

✦ En el cálculo de la recuperación esperada \underline{d} , se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen de la solución estándar adicionada

U = concentración de la muestra natural (del ítem 1 3)

C = concentración de la adición

v = volumen de la solución estándar adicionada

V = volumen de la muestra de agua natural usada para obtener la muestra

2.3 Evaluación de la recuperación de la adición estándar

| | | |
|--------------------------------|---|--|
| S | $s/\sqrt{6}$ | (del ítem 2.1) |
| $t_{0.95} = 2.015$ con $v = 5$ | tabla t, bilateral | 2.01 |
| $2.01 \times s/\sqrt{6}$ | | |
| R/d | (del ítem 2.1 y 2.2) | |
| | $R/d > 0.95?$ | |
| | SI | NO |
| | $R/d < 1.05?$ | |
| | SI | NO |
| Recuperación satisfactoria | $1.05 \times d$ | $0.95 \times d$ |
| | $1.05 \times d + 2.01 \times SM/6$ (A) | $0.95 \times d - 2.01 \times SM/6$ (B) |
| | $R \leq A?$ | $R \geq B?$ |
| | SI: Recuperación satisfactoria | |
| | NO: Recuperación no satisfactoria. Revisar metodología y técnica analítica. | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Completar la columna de la derecha (última), siguiendo las instrucciones impuestas por los desvíos condicionales ($> ?$ y $< ?$), efectuando los cálculos, de acuerdo a la orientación que llevan los desvíos.
- ◆ Meta de recuperación: $95\% < R/d < 105\%$ de lo teórico.
 $R =$ concentración real (recuperada)
 $d =$ concentración teórica (esperada)

Límites de confianza = $\frac{s}{\sqrt{6}} t_{0.95}$ ◆ Se investiga si lo recuperado está dentro de los límites de confianza.

**CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA DE LABORATORIO
TÉCNICA COLORIMÉTRICA**

LABORATORIO _____

DIRECCIÓN _____

DETERMINACIÓN DE _____

MÉTODO (descripción resumida) _____

RANGO DE CONCENTRACIÓN DE _____ A _____ (C) mg/l _____

MARCA Y TIPO DEL EQUIPO USADO

_____ N° _____

PROCEDENCIA DEL ESTÁNDAR (fabricante, lote, forma, etc)

DETALLES DE LA PROCEDENCIA DE LA MUESTRA NATURAL 1) ESTABLE, 2)
INESTABLE

DETALLES SOBRE LA PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

OBSERVACIONES

- ◆ El agua destilada usada en los testigos y en la preparación de las soluciones, inclusive en la solución estándar para la adición, debe ser siempre la misma (homogénea)
- ◆ La solución estándar y el estándar para la adición estándar deberán ser preparadas inmediatamente antes de cada medición, a partir de la solución patrón
- ◆ El volumen del estándar para la adición no deberá ser mayor que 5% del volumen de la muestra natural a ser usada
- ◆ Si hubiera alguna modificación en la metodología propuesta formar por escrito cuál es la modificación y el procedimiento adoptado

CONTROL ESTIMADO DE LA PRECISIÓN EN EL LABORATORIO

1.1 Soluciones

| Solución N° | Descripción |
|----------------|---|
| 1 y 2 | Determinación del testigo |
| 3 y 4 | Solución estándar $\approx 0.9 C_{max}$ mg/l |
| 5 y 6 | Solución estándar $\approx 0.09 C_{max}$ mg/l |
| 7 y 8 | Agua natural $\approx 0.4C$ |
| 9 y 10 | Agua natural + adición estándar (0.9C) |
| 11 y 12 | |
| $C = 1.0$ mg/l | C concentración máxima del parámetro que cubre el ámbito del método |

1 2 Tabulación de las lecturas del instrumento en orden aleatorio

| Prueba N° | Lote 1 | | Lote 2 | | Lote 3 | | Lote 4 | | Lote 5 | | Lote 6 | |
|-----------|--------|------------|--------|------------|--------|------------|--------|------------|--------|------------|--------|------------|
| | Fecha | Result. N° | Fecha | Result. N° | Fecha | Result. N° | Fecha | Result. N° | Fecha | Result. N° | Fecha | Result. N° |
| 1 | 3 | 12 | | 3 | | 9 | | 3 | | 5 | | |
| 2 | 1/1 | 7 | | 1/1 | | 3 | | 1/1 | | 1/1 | | |
| 3 | 9 | 5 | | 5 | | 7 | | 9 | | 2/1 | | |
| 4 | 5 | 10 | | 10 | | 12 | | 5 | | 11 | | |
| 5 | 10 | 11 | | 7 | | 1/1 | | 4 | | 3 | | |
| 6 | 7 | 1/1 | | 6 | | 10 | | 10 | | 9 | | |
| 7 | 11 | 3 | | 9 | | 5 | | 7 | | 6 | | |
| 8 | 6 | 2/1 | | 12 | | 11 | | 12 | | 10 | | |
| 9 | 2/1 | 9 | | 4 | | 2/1 | | 8 | | 7 | | |
| 10 | 4 | 8 | | 8 | | 8 | | 6 | | 4 | | |
| 11 | 8 | 4 | | 11 | | 4 | | 2/1 | | 12 | | |
| 12 | 12 | 6 | | 2/1 | | 6 | | 11 | | 8 | | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Se recomienda marcar con el número de código de las soluciones toda la vidriería utilizada (balones, erlenmeyers, vasos, etc.)
- ◆ La notación de los testigos significa: 1/1 el testigo utilizado para calibración del instrumento (testigo menor de los del duplicado) y 2/1 el testigo entendido contra el primero.
- ◆ Las doce pruebas deben ser realizadas en un mismo día y las mediciones en seis días útiles consecutivos. No tiene importancia el día en que se empieza.
- ◆ Lecturas contra agua destilada.

1.3 Resultados sin corrección del testigo (o con corrección, cuando el método lo exige)

Función de la curva estándar: $A = (a) \text{---} + (b) \text{---} C$ ($A = a + bC$)

Resultados obtenidos a través de ecuación (regresión lineal)

Los datos para la elaboración de este cuadro vienen del ítem 1.2

| Solución | Resultados mg/l | | | | | | Media X (G.N.C) |
|--------------------|-----------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------------------|
| | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 | |
| Testigo | 1 | | | | | | |
| | 2 | | | | | | |
| Solución 0.9 mg/l | 3 | | | | | | |
| | 4 | | | | | | |
| Solución 0.09 mg/l | 5 | | | | | | |
| | 6 | | | | | | |
| Muestra | 7 | | | | | | |
| | 8 | | | | | | |
| Muestra + adición | 9 | | | | | | |
| | 10 | | | | | | |
| | 11 | | | | | | |
| | 12 | | | | | | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Para obtener los pares de resultados analíticos independientes para cada solución, en cada medición, el primer testigo medido debe ser castrado de la primera porción medida de cada una de las soluciones y el segundo testigo de la segunda porción.
- ◆ Los resultados deberán ser expresados con una cifra decimal más que las usadas de costumbre.

1.4 Codificación de los resultados

| Testigo | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|--------------------|---|------------------------|---|---|---|---|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | Σx^2 | | | | | | |
| $x = 10^a (X - b)$ | | $\Sigma L^2/2$ | | | | | | |
| | | $(\Sigma L)^2/12$ | | | | | | |

| Solución Estándar 0.9 mg/l | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|-------------------------------|---|------------------------|---|---|---|---|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | Σx^2 | | | | | | |
| $x = 10^a (X - b)$ | | $\Sigma L^2/2$ | | | | | | |
| | | $(\Sigma L)^2/12$ | | | | | | |

OBSERVACIONES

- ◆ Los resultados, para cada solución deben ser codificados para la obtención de los valores naturales más simples. La fórmula utilizada es: $x = 10^a (X - b)$, donde X es el resultado original, b se escoge por inspección, aproximadamente igual a la media y a es un factor para transformar los valores enteros y pequeños.
- ◆ Los resultados codificados individuales deben ser elevados al cuadrado y sumados para obtenerse Σx^2 .
- ◆ Los resultados a codificar son los del ítem 1.3.

| Solución Estándar 0.09 mg/l | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|--------------------------------|---|------------------------|---|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-4} (X - 10)$ | | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

| Muestra | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|------------------------|---|------------------------|---|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-4} (X - 10)$ | | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

OBSERVACIONES

- ◆ En el caso general que existieran n resultados en cada una de las m mediciones, $(\Sigma L)^2$ se divide por $m \cdot n$ o L^2 se divide por n
- ◆ La suma total debe coincidir por las líneas y columnas, es decir, $L = x$
- ◆ Los datos a codificar son los del ítem 1.3

| Muestra | | Resultado codificado x | | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|--------------------------|---|------------------------|---|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-1}(X - \quad)$ | | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

OBSERVACIONES

- ◆ Los datos a codificar son los del ítem 3

1 5 Análisis de varianza

| Solución | Fuente de variabilidad | | | | | | | | | |
|--------------------|-------------------------------------|--------------------------------|--------------------|----------------------|--------------------------|-----------------|----------------------|--------------------------|------------------|--|
| | Suma de los cuadrados | | | | Grados de libertad | | | | Cuadrados Medios | |
| | Entre lotes SO_1 | Dentro del lote SO_0 | Total SO_t | Entre lotes N_1 | Dentro del lote N_0 | Total N_t | Entre lotes M_1 | Dentro del lote M_0 | | |
| Testigo | $SO_1 = \sum L^2/n - (\sum L)^2/nm$ | $SO_0 = \sum x^2 - \sum L^2/n$ | $SO_t = SQ - SO_0$ | $N_1 = m-1$ | $N_0 = m(n-1)$ | $N_t = N + N_0$ | $M_1 = SO_1/N_1$ | $M_0 = SO_0/N_0$ | | |
| Solución 0.9 mg/l | | | | | | | | | | |
| Solución 0.09 mg/l | | | | | | | | | | |
| Muestra | | / | | | | | | | | |
| Muestra + adición | | | | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Caso general, $N_1 = m-1$ y $N_0 = m(n-1)$, donde m es el número de mediciones y n es el número de repeticiones en cada lote
- ◆ M no es calculado para el testigo y muestras con o sin adición, cuando el parámetro es inestable. Sólo se calcula M_1 para parámetros estables.
- ◆ Cuando no existieran mediciones duplicadas, tenemos $n = 1$ y $L = x$, y por lo tanto, no se hace análisis de varianza.
- ◆ Los datos necesarios para los cálculos de arriba están en el ítem 1 4

1 6 Cálculo de las desviaciones estándares y decodificación

Aquí serán calculadas las desviaciones estándares S_d (entre duplicados), S_e (entre lotes de mediciones) y S_t (total), en parámetros estables. Cuando el parámetro fuese inestable, calcular S_e y S_t apenas en las soluciones estándar 0.9C y 0.09 C mg/l. El S_t de la muestra natural 1 y 2 y de las muestras con adición estándar serán calculados como en el ítem 1.7, por la estimación de las desviaciones de la solución estándar 0.9C.

En el testigo si tiene interés la S_d , no se calcula los demás. Con seguir las desviaciones condicionales efectuando los cálculos sólo de los casos en que la respuesta a la pregunta llevara a seguir con los cálculos correspondientes a una columna. Si después de la pregunta, de acuerdo con la respuesta aparece *, ** o NS, marcar el símbolo correspondiente en la línea de significancia.

| | | Testigo | Sol. 0.9 C mg/l | Sol. 0 09 C mg/l | Muestra | Muestra - adición |
|--|--------------------|---------|--------------------|---------------------|---------|-------------------------|
| Desviaciones estándar codificadas | Sd | | | | | |
| | $Sd = \sqrt{sd^2}$ | | | | | |
| | Se | | | | | |
| | $Se = \sqrt{se^2}$ | | | | | |
| | St | | | | | |
| | $St = \sqrt{st^2}$ | | | | | |
| Desviaciones estándar decodificadas en unidad de concentración. Las decodificaciones se hacen dividiendo las desviaciones codificadas por 10* usado (1 4) | Sd | | | | | |
| | Se | | | | | |
| | St | | | | | |
| Concentraciones medias (GMC) ($\Sigma x/12$) (1.3) | GMC | | | | | |
| Coefficiente de variación $\frac{St}{GMC} \times 100$ | CV | | | | | |

1 7 Cálculo de la desviación estándar total de la muestra con y sin adición estándar

Aquí será calculado el S_t de la muestra con y sin adición estándar de los parámetros inestables.

| De 6 a | De 6 b | Muestra de Agua Natural | Muestras de agua + adición |
|-----------------------|--------|---------------------------------|----------------------------|
| S_t^2 | (1 6) | A = GMC (1 6) | |
| S_d^2 | (1 6) | $A^2 = (GMC)^2$ | |
| $S^2 = S_t^2 - S_d^2$ | | $A^2 S^2 / Z^2$ (Tabla I) | |
| $Z = 0.9C$ | (1 1) | S_d^2 (1 6) | |
| $Z^2 = 0.81C^2$ | | $S_t^2 = S_d^2 + A^2 S^2 / Z^2$ | |
| S^2 / Z^2 | | St (codificado) | |
| | | St (decodificado) | |

1 8 Resumen de los resultados en unidades de concentración

| | Testigo | Sol 0.9C | Sol 0.09C | Muestra | Muestra + adición |
|---------------------|-------------|----------|-----------|---------|-------------------|
| S_d | (2.6) | | | | |
| S_e | (2.6) (2.7) | | | | |
| S_t | (2.6) (2.7) | | | | |
| Concentración (GMC) | | | | | |

1.9. Prueba para verificación si las desviaciones estándares son aceptables

| | Blanco | Sol. 0 9 C | Agua natural | Agua natural + adición | | | |
|---|--------|------------|--------------|------------------------|------|------|------|
| St | (2.8) | | | | | | |
| St ² | (A) | | | | | | |
| Concentración promedio (CT) | (2.8) | | | | | | |
| W (meta a alcanzar) (*) | | | | | | | |
| W ² | (B) | | | | | | |
| St < W ? | | | | | | | |
| SI: Meta de precisión alcanzada - Fin de los cálculos | | | | | | | |
| NO: Seguir con los cálculos de abajo. | | | | | | | |
| Cálculo efectivo de los grados de libertad, f | | | | | | | |
| M ₀ | (2.5) | | | | | | |
| M ₁ : 2St ² -M ₀ muestra con o sin adición ? | | | | | | | |
| M ₀ + M ₁ | | | | | | | |
| (M ₀ + M ₁) ² | | | | | | | |
| 30(M ₀ + M ₁) ² | (C) | | | | | | |
| M ₁ ² | | | | | | | |
| 6 M ₁ ² | | | | | | | |
| M ₀ ² | | | | | | | |
| 5 M ₀ ² | | | | | | | |
| 6 M ₁ ² + 5 M ₀ ² | (D) | | | | | | |
| f = (C)/(D) Grados de libertad | | | | | | | |
| Entrar con ± en la tabla de abajo para obtener Fo 05 | | | | | | | |
| g.l. | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| FO 05 | 2.21 | 2.10 | 2.01 | 1.94 | 1.88 | 1.83 | 1.79 |
| FO 05 | | | | | | | |
| St ² /W ² (A)/(B) | | | | | | | |
| FO 05 > St ² /W ² ? | | | | | | | |
| SI: Meta alcanzada | | | | | | | |
| NO: Revisar la metodología analítica | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

(*) La nota, corresponde a 5% de la concentración (GMC) o 0,25 veces el mínimo del interés, aquel que fuese mayor. Por ejemplo, el valor mínimo de interés puede ser el valor máximo deseado (VMD) establecido por norma

♦ Para obtener valor intermedio de F (grados de libertad) interpolar en la tabla.

Ejemplo para 5.70

g_l $f_{0.05}$
5 - - - - -> 2.21
5.70 - - - - -> ?
6 - - - - -> 2.10

Diferencias

g_l $F_{0.05}$
1 -----> 0.11
0.70 - - - - -> X

Así

$$X = 0.70 \times 0.11 = 0.077$$

$$\text{Luego para } 5.70 \quad F_{0.05} = 2.21 - 0.077 = 2.13$$

- Para obtener W (la meta de precisión), determine el 5% de la concentración medida de cada solución (de 1-3) y el valor mínimo de interés (puede ser el LD). El mayor resultado entre ambos será W ($GMC \times 0.05$ ó $0.25 \times$ será W , o que sea menor)
- Valor mínimo de interés para el parámetro en cuestión es: _____

CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICA DE LABORATORIO
AUTOANALIZADOR Y ELECTRODOS

LABORATORIO _____

DIRECCIÓN _____

DETERMINACIÓN DE _____

MÉTODO (descripción sumaria) _____

RANGO DE CONCENTRACIÓN DE _____ A _____ unidades de pH

MARCA Y TIPO DEL EQUIPO USADO

_____ N° _____

PROCEDENCIA DEL ESTÁNDAR (fabricante, lote, forma etc)

DETALLES DE LA PROCEDENCIA DE LA MUESTRA NATURAL INESTABLE

DETALLES SOBRE LA PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA

OBSERVACIONES

- ◆ El agua destilada usada en los blancos y en la preparación de soluciones, inclusive en la solución estándar, debe ser siempre la misma (homogénea)
- ◆ La solución estándar y adición estándar deberán ser preparados inmediatamente antes de cada medición, a partir de la solución patrón
- ◆ En la adición estándar, el volumen del estándar adicionado no deberá ser mayor que 5% del volumen de la muestra natural a ser usada
- ◆ Si hubiera alguna modificación en la metodología propuesta, informar por escrito cuál sería la modificación y el procedimiento adoptado
- ◆ Colectar un volumen de muestra que sea suficiente para todas las mediciones

2 PRUEBA DE RECUPERACIÓN DE LA ADICIÓN

2.1 Cálculo de la recuperación de la media y su desviación estándar

| Prueba | Muestra con adición - Muestra sin adición (mg/l) | | | | | |
|-----------------|--|---|---|---|---|---|
| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| $M = [1 + 2]/2$ | | | | | | |
| M^2 | | | | | | |

$$\sum M = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$\sum M^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$(\sum M)^2 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$(\sum M)^2/6 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$R = \sum M/6 \underline{\hspace{2cm}}$$

$$[\sum M^2 - (\sum M)^2/6] = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$[\sum M^2 - (\sum M)^2/6] : 5 = \underline{\hspace{2cm}}$$

$$S = \sqrt{[\sum M^2 - (\sum M)^2/6] : 5} =$$

2.2 Cálculo de la recuperación esperada y límite de confianza de la recuperación del promedio mayor

$$U = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

$$V = \underline{\hspace{2cm}} \text{ ml}$$

$$C = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

$$v = \underline{\hspace{2cm}} \text{ ml}$$

Recuperación esperada

$$d = \frac{v(C - U)}{V + v} = \underline{\hspace{2cm}} \text{ mg/l}$$

OBSERVACIONES:

- ◆ Los datos necesarios en 2.1 se encuentran en 1.3. El resultado de la primera porción de la muestra natural (7) ha sido substituído de la primera porción de la muestra con adición (9) e igualmente para la segunda porción (8) y (10).
- ◆ En el cálculo de la recuperación esperada d , se hace la corrección de la dilución de la muestra con el volumen de la solución estándar adicionada.

U = concentración de la muestra natural (1.8)

C = concentración de la muestra adicionada

v = volumen de la solución estándar adicionada

V = volumen de la muestra de agua natural usada para obtener la muestra

2.3 Evaluación de la recuperación de la adición estándar

| | |
|--------------------------------|---|
| S | (del ítem 2.1) |
| $s/\sqrt{6}$ | |
| $t_{0,95} = 2.015$ con $v = 5$ | tabla t, bilateral 2.01 |
| $2.01 \times s/\sqrt{6}$ | |
| R/d | (del ítem 2.1 y 2.2) |
| | R/d > 0,95? |
| | SI |
| | NO |
| | R/d < 1,05? |
| | SI |
| | NO |
| Recuperación satisfactoria | 1,05 x d |
| | 0,95 x d |
| | 1,05 x d + 2,01 x SM/6 (A) |
| | 0,95 x d - 2,01 x SM/6 (B) |
| | R ≥ A? |
| | R ≥ B? |
| | SI: Recuperación satisfactoria NO: Recuperación no satisfactoria. Revisar metodología y técnica analítica. |

OBSERVACIONES.

- ◆ Completar la columna de la derecha (última), siguiendo las instrucciones impuestas por los desvíos condicionales (> 7 y < 7), efectuando cálculos, de acuerdo a la orientación que llevan los desvíos.
- ◆ Meta de recuperación: 95% < R/d < 105% de lo teórico.
R = concentración real (recuperada)
d = concentración teórica (esperada)

$$\text{Límites de confianza} = \frac{s}{\sqrt{6}} t_{0,95}$$

- ◆ Se investiga si lo recuperado está dentro de los límites de confianza.

1 CONTROL ESTIMADO DE LA PRECISIÓN EN EL LABORATORIO

1.1 Soluciones

| Solución Nº | Descripción |
|-------------|-------------|
| 1 y 2 | |
| 3 y 4 | |
| 5 y 6 | |
| 7 y 8 | |
| 9 y 10 | |
| 11 y 12 | |

1.2 Tabulación de las lecturas del instrumento en orden aleatorio

| Prueba No | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 |
|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
| | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha | Fecha |
| | Result No | Result No | Result No | Result No | Result No | Result No |
| 1 | 3 | 12 | 3 | 9 | 3 | 5 |
| 2 | 1/1 | 7 | 1/1 | 3 | 1/1 | 1/1 |
| 3 | 9 | 5 | 5 | 7 | 9 | 2/1 |
| 4 | 5 | 10 | 10 | 12 | 5 | 11 |
| 5 | 10 | 11 | 7 | 1/1 | 4 | 3 |
| 6 | 7 | 1/1 | 6 | 10 | 10 | - |
| 7 | 11 | 3 | 9 | 5 | 7 | 6 |
| 8 | 6 | 2/1 | 12 | 11 | 12 | 10 |
| 9 | 2/1 | 9 | 4 | 2/1 | 8 | 7 |
| 10 | 4 | 8 | 8 | 8 | 6 | 4 |
| 11 | 8 | 4 | 11 | 4 | 2/1 | 12 |
| 12 | 12 | 6 | 2/1 | 6 | 11 | 8 |

OBSERVACIONES

- ◆ Se recomienda marcar con el número de código de las soluciones toda la vidriería utilizada (balones, erlenmeyers, vasos, etc)
- ◆ La notación de los testigos significa 1/1 el testigo utilizado para calibración del instrumento (testigo menor de los del duplicado) y 2/1 el testigo entendido contra el primero
- ◆ Las doce pruebas deben ser realizadas en un mismo día y las mediciones en seis días útiles consecutivos. No tiene importancia el día en que se empieza

1.3 Resultados sin corrección del testigo (o con corrección, cuando el método lo exige)

Cálculo de los resultados:

Analizador automático: $\text{mg/l} = \text{lectura del instrumento} \times \text{mg estándar de calibración (C)} - 100$

Electrodo: Curva de calibración diaria: $\text{mV} = a + b \log \text{mg/l}$

Los datos para la elaboración del siguiente cuadro vienen de 1.2.

| Solución | Resultados en unidades | | | | | | Media X (G/MC) |
|----------|------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|-------------------|
| | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 | |
| 1 | | | | | | | |
| 2 | | | | | | | |
| 3 | | | | | | | |
| 4 | | | | | | | |
| 5 | | | | | | | |
| 6 | | | | | | | |
| 7 | | | | | | | |
| 8 | | | | | | | |
| 9 | | | | | | | |
| 10 | | | | | | | |
| 11 | | | | | | | |
| 12 | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

- ◆ Para la obtención de pares de resultados analíticos independientes para cada solución, en cada medición, el primer testigo medido debe ser el mismo que el utilizado en la calibración.
- ◆ Los resultados deberán ser expresados con una cifra decimal más que las usadas de costumbre.

1.4. Codificación de los resultados

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|----------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-a}(X - b)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|----------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-a}(X - b)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

OBSERVACIONES

- ◆ Los resultados, para cada solución, deben ser codificados, para la obtención de los valores naturales más simples. La fórmula utilizada es $x = 10^a(X - b)$, donde X es el resultado original, b se escoge por inspección, aproximadamente igual a la media y a es un factor para transformar los valores enteros y pequeños.
- ◆ Los resultados codificados individuales deben ser elevados al cuadrado y sumados para obtenerse Σx^2 .
- ◆ Los resultados a codificar son los del ítem 1.3.

1 4 Continuación

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|---------------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-1} (X - \quad)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|---------------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-1} (X - \quad)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

OBSERVACIONES

◆ Los resultados a codificar son los del ítem 1 3

1.1 Continuación

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|---------------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-n} (X - \dots)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

| Solución | | Resultado codificado x | | | | | Suma de Filas (Σx) |
|---------------------------|---|------------------------|---|---|-------------------|---|------------------------------|
| | | Medición | | | | | |
| | | 1 | 2 | 3 | 5 | 6 | |
| Prueba 1 | x | | | | | | |
| Prueba 2 | x | | | | | | |
| Suma de columna | L | | | | | | ΣL |
| L^2 | | | | | | | ΣL^2 |
| Código | | | | | Σx^2 | | |
| $x = 10^{-n} (X - \dots)$ | | | | | $\Sigma L^2/2$ | | |
| | | | | | $(\Sigma L)^2/12$ | | |

OBSERVACIONES

- ◆ En el caso general que existieran n_2 resultados en cada una de las mediciones, $(\Sigma L)^2$ se divide por $m \cdot n$ ó L^2 se divide por n
- ◆ La suma total debe coincidir por las líneas y columnas, es decir, $L = x$
- ◆ Los resultados a codificar son los del ítem 1.3

1.5 Análisis de varianza

| Fuente de Variabilidad | | | | | | | | |
|------------------------|---|------------------------------------|---|----------------------|--------------------------|-------------------|----------------------|--------------------------|
| Solución | Suma de los Cuadrados | | Grados de Libertad | | Cuadrados Medidos | | | |
| | Entre lotes SQ_1 | Dentro del lote SQ_0 | Total SQ_t | Entre lotes N_1 | Dentro del lote N_0 | Total N_t | Entre lotes M_1 | Dentro del lote M_0 |
| | $SQ_1 = \Sigma L^2/n$ (ΣL^2)/nm | $SQ_0 = \Sigma x^2 - \Sigma L^2/n$ | $SQ_t = \Sigma x^2$ (ΣL^2)/mn | $N_1 = m-1$ | $N_0 = m(n-1)$ | $N_t = N_1 + N_0$ | $M_1 = SQ_1/N_1$ | $M_0 = SQ_0/N_0$ |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |
| | | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

- Por lo general, $N_1 = m-1$ y $N_0 = m(n-1)$, donde m es el número de mediciones y n es el número de repeticiones en cada lote.
- ◆ M_1 no es calculado para el testigo y muestras de agua natural, con o sin adición, cuando el parámetro es inestable. Sólo se calcula M_1 para parámetros estables.
- ◆ Cuando no existieran mediciones duplicadas, tenemos $n = 1$ y $L = x$; por lo tanto, no se hace análisis de varianza.
- ◆ Los datos necesarios para los cálculos de arriba están en 1.4

1.5 Cálculo de las desviaciones estándares y decodificación

Aquí serán calculadas las desviaciones estándares S_d (entre duplicados), S_e (entre mediciones) y S_t (total), en parámetros estables. Cuando el parámetro fuese inestable, calcular S_e y S_t sólo en las soluciones estándar 0.9C y 0.1C mg/l. El S_t de la muestra natural 1 y 2 y de la adición estándar será calculado como en el ítem 1.7, por la estimación de las desviaciones de la solución estándar 0.9C.

En el blanco, si tiene interés la S_d , no se calcula los demás. Con seguir las desviaciones condicionales efectuando los cálculos sólo de los casos en que la respuesta a la pregunta llevara a seguir con los cálculos correspondientes a una columna. Si después de la pregunta, de acuerdo con la respuesta aparece *, ** o NS, marcar el símbolo correspondiente en la línea de significancia.

1 7 Cálculo de la desviación estándar total de la muestra con y sin adición estándar

Aquí será calculado el S_t de la muestra con y sin adición estándar de los parámetros inestables.

Tabla I: Datos referentes a solución Tabla II Referentes a la muestra de agua natural 1 con y sin adición estándar y agua natural 2.

(1 6)

| | |
|-------------------------|-------|
| S_t^2 | (1 6) |
| S_d^2 | (1.6) |
| $S_z^2 = S_t^2 + S_d^2$ | |
| $Z = 0.9C$ | (1 1) |
| $Z^2 = 0.81C^2$ | |
| SZ^2/Z^2 | |

| | Muestra de agua | Agua natural | Agua natural + adición |
|-----------------------------------|-----------------|--------------|------------------------|
| $A = GMC$ | (1 6) | | |
| $A^2 = (GMC)^2$ | | | |
| $A^2 S_z^2 / Z^2$ | (Tabla I) | | |
| S_d^2 | (1 6) | | |
| $S_t^2 = S_d^2 + A^2 S_z^2 / Z^2$ | | | |
| S_t (codificado) | | | |
| S_t (decodificado) | | | |

1 8 Resumen de los resultados en unidades de concentración

| | | | | |
|---------------------|-------------|--|--|--|
| | | | | |
| S_d | (1 6) | | | |
| S_e | (1.6) (1 7) | | | |
| S_t | (1 6) (1 7) | | | |
| Concentración (GMC) | | | | |

1 9 a) Prueba para verificación si las desviaciones estándares son aceptables

| | | | | |
|--|---------------------|--|--|--|
| St | (1.8) | | | |
| St | (A) | | | |
| Concentración promedio (OC) | (1.8) | | | |
| W (meta a alcanzar) (*) | | | | |
| W ² | (B) | | | |
| St < W ? | | | | |
| SI Meta de precisión alcanzada | Fin de los cálculos | | | |
| NO· Seguir con los cálculos de abajo. | | | | |
| Cálculo efectivo de los grados de libertad, f | | | | |
| M ₀ | (1.5) | | | |
| M ₁ ·2St ² ·M ₀ muestra con o sin adición ? | | | | |
| M ₀ + M ₁ | | | | |
| (M ₀ + M ₁) ² | | | | |
| 30(M ₀ + M ₁) ² | (C) | | | |
| M ₁ ² | | | | |
| 6 M ₁ ² | | | | |
| M ₀ ² | | | | |
| 5 M ₀ ² | | | | |
| 6 M ₁ ² + 5 M ₀ ² | (D) | | | |
| f = (C)/(D) Grados de libertad | | | | |

| | | | | | | | |
|---|------|------|------|------|------|------|------|
| Entrar con ± en la tabla de abajo para obtener Fo.05 | | | | | | | |
| f | 5 | 6 | 7 | 8 | 9 | 10 | 11 |
| F _{0.05} | 2.21 | 2.10 | 2.01 | 1.94 | 1.86 | 1.83 | 1.70 |
| F _{0.05} | | | | | | | |
| St ² /W ² (A)/(B) | | | | | | | |
| F _{0.05} > St ² /W ² ? | | | | | | | |
| SI· Meta alcanzada | | | | | | | |
| NO· Revisar la metodología analítica | | | | | | | |

OBSERVACIONES.

(*) La nota, corresponde a 5% de la concentración (GMC) o 0,25 veces el valor mínimo del interés, aquél que fuese mayor Por ejemplo, el valor mínimo de interés puede ser el valor máximo deseado (VMD) establecido por norma.

Para obtener valor intermedio de F (grados de libertad) interpolar en la tabla

Ejemplo para 5 70

| g l | $F_{0.05}$ |
|------|-------------|
| 5 | -----> 2 21 |
| 5 70 | -----> ? |
| 6 | -----> 2 10 |

Diferencias

| g l | $F_{0.05}$ |
|------|-------------|
| 1 | -----> 0 11 |
| 0 70 | -----> X |

Así

$$X = 0.70 \times 0.11 = 0.077$$

$$\text{Luego para } 5.70 \quad F_{0.05} = 2.21 + 0.077 = 2.287$$

- ◆ Para obtener W (la neta de precisión), determine el 5% de la concentración media de cada solución (de 1.3) y el valor mínimo de interés (puede ser el LD). El mayor resultado entre ambos será W. ($GMC \times 0.05$ ó $0.25 \times$ será W, o que sea menor)
- ◆ Valor mínimo de interés para el parámetro en cuestión es _____

COMPARACIÓN DE SOLUCIONES ESTÁNDAR

LABORATORIO _____

LUGAR _____

FECHA ___/___/___

PARÁMETRO _____

MÉTODO (descripción) _____

PROCEDENCIA ESTÁNDAR _____

1 Número de determinaciones

| | | |
|--|------------|---|
| Sd = desviación estándar entre mediciones de solución estándar ≅ 0,9C mg/l sacado del control interlaboratorial | 100Sd | |
| C = concentración máxima del ámbito de trabajo del método | 0,9C | |
| $100 Sd/0,9C = r$ | r | |
| $\Delta = 5$ (diferencia entre soluciones puede atender 5%) | Δ/r | |
| Entrar como el valor Δ/r en la tabla de abajo y determinar N (# de determinaciones) | | |
| Δ/r | Δ/r | 0,5 0,6 0,8 1,0 1,2 1,5 2,0 2,5 3,0 4,0 |
| Número de determinaciones en cada solución estándar | N | 106 74 42 27 20 13 8 6 5 4 |

- ⚡ N es el número de determinaciones a ser llevadas a cabo en cada solución estándar
- ⚡ N no puede ser inferior a 4 (cuatro)
- ⚡ Una solución estándar (A) será proporcionada por el centro coordinador y la otra (B) será preparada por el laboratorio
- ⚡ Efectuar las determinaciones en orden aleatorio de la tabla a seguir
- ⚡ Efectuar una lectura en blanco al final de las determinaciones, después de 30 determinaciones
- ⚡ Los valores de lectura de instrumento (transmisión, absorbencia, mililitros, etc.)
- ⚡ No hacer corrección del blanco

2 Observaciones experimentales en orden aleatorio

A = Solución estándar del centro coordinador

B = Solución estándar del laboratorio

| Obs N° | Sol | Lectura Instrum | Obs N° | Sol | Lectura Instrum | Obs N° | Sol | Lectura Instrum | Obs N° | Sol | Lectura Instrum |
|--------|-----|-----------------|--------|-----|-----------------|--------|-----|-----------------|--------|-----|-----------------|
| 1 | A | | 21 | A | | 41 | A | | 61 | B | |
| 2 | B | | 22 | A | | 42 | B | | 62 | A | |
| 3 | B | | 23 | B | | 43 | B | | 63 | B | |
| 4 | A | | 24 | A | | 44 | A | | 64 | A | |
| 5 | A | | 25 | A | | 45 | A | | 65 | A | |
| 6 | B | | 26 | B | | 46 | B | | 66 | B | |
| 7 | B | | 27 | B | | 47 | B | | 67 | B | |
| 8 | A | | 28 | A | | 48 | A | | 68 | A | |
| 9 | A | | 29 | A | | 49 | A | | 69 | B | |
| 10 | B | | 30 | B | | 50 | B | | 70 | A | |
| 11 | B | | 31 | B | | 51 | A | | 71 | A | |
| 12 | A | | 32 | A | | 52 | B | | 72 | B | |
| 13 | A | | 33 | A | | 53 | A | | 73 | B | |
| 14 | B | | 34 | B | | 54 | B | | 74 | A | |
| 15 | B | | 35 | B | | 55 | B | | 75 | A | |
| 16 | A | | 36 | A | | 56 | A | | 76 | B | |
| 17 | A | | 37 | A | | 57 | A | | 77 | B | |
| 18 | B | | 38 | B | | 58 | B | | 78 | A | |
| 19 | B | | 39 | B | | 59 | B | | 79 | B | |
| 20 | A | | 40 | A | | 60 | A | | 80 | A | |

TESTIGO = _____ (lectura instrumento)

3 Codificación y cálculo de los resultados

| Lectura Nº | Solución A Centro Coordinador | | | Solución B del Laboratorio | | |
|---------------|--|-------------------------------------|---------|--|-------------------------------------|---------------------|
| | Lectura del Instrumento X_A | Código $x_A = 10^{-n} (X_A - b)$ | | Lectura del Instrumento X_B | Código $x_B = 10^{-n} (X_B - b)$ | |
| | | x_A | x_A^2 | | x_B | x_B^2 |
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| 3 | | | | | | |
| 4 | | | | | | |
| 5 | | | | | | |
| 6 | | | | | | |
| 7 | | | | | | |
| 8 | | | | | | |
| 9 | | | | | | |
| 10 | | | | | | |
| 11 | | | | | | |
| 12 | | | | | | |
| 13 | | | | | | |
| 14 | | | | | | |
| 15 | | | | | | |
| 16 | | | | | | |
| 17 | | | | | | |
| 18 | | | | | | |
| 19 | | | | | | |
| 20 | | | | | | |
| sumatoria | ΣX_A | Σx_A^2 | (I) | sumatoria | (Σx_B) | Σx_B^2 (II) |
| Media | $(\Sigma x_A)/n$ | | | Media | $(\Sigma x_B)/n$ | |

NOTAS La codificación sigue a la expresión $x = 10^{-n} (X - b)$ donde X es el valor original b es aproximadamente la media por inspección, y n es un factor que toma un número entero n es el número de determinaciones de cada solución

4 Cálculo del error estándar, S_m , de la diferencia entre las medias de las dos soluciones

| | |
|--|-------------|
| Desviación estándar | |
| $S^2 = \{(I) + (II) + (2n - 2) \text{ del ítem 3}\}$ | S^2 |
| $S = \sqrt{S^2}$ | S |
| $S_m = S \sqrt{\frac{2}{n}}$ | S_m |
| Decodificación de los resultados | |
| $S_m = s_m \div 10^a$ (del ítem 3) | |
| $\bar{X}_A = b + (\bar{x}_A \cdot 10^a)$ (del ítem 3) | \bar{X}_A |
| $\bar{X}_B = b + (\bar{x}_B \cdot 10^a)$ (del ítem 3) | \bar{X}_B |
| Probar si la diferencia entre las dos soluciones estándar es significativamente mayor que 5% de la concentración | |
| $\bar{X}_A - \bar{X}_B = (A)$ (no considerar el signo) | (A) |
| t_{2n-2} tabla t bicaudal, a 0,10 de probabilidades y $2n-2$ grados de libertad Consultar manual del CQA | t_{2n-2} |
| $t_{2n-2} S_m = (B)$ | (B) |
| $(A) + (B) = (C)$ | (C) |
| $X_A - \text{TESTIGO} = (D)$ (del ítem 2) | (D) |
| $\{(C) \div (D)\} \cdot 100 = (E)$ (no considerar el signo) | (E) |
| $(E) \leq 5?$ | |

SI: No hay diferencia significativa entre los estándares

NO Hay diferencia significativa entre los estándares Revisar el estándar primario, metodología y técnica

CONTROL ENTRE LABORATORIOS

LABORATORIO _____

DIRECCIÓN _____

DETERMINACIÓN DE _____

MÉTODO (descripción resumida) _____

ÁMBITO DE CONCENTRACIÓN DE _____ A _____ (C) mg/l _____

MARCA Y TIPO DEL EQUIPO USADO _____

N° _____

PROCEDENCIA DEL ESTÁNDAR (fabricante, lote, forma, etc) _____

INDICACIONES SOBRE LA PROCEDENCIA DE LA MUESTRA NATURAL _____

INDICACIONES SOBRE LA PRESERVACIÓN DE LA MUESTRA _____

NOMBRE DEL RESPONSABLE _____

FECHA / /

DETERMINACIONES DE ERRORES SISTEMÁTICOS ENTRE LABORATORIOS

1 NUMERO DE CÓDIGO DE LAS SOLUCIONES

| SOLUCIÓN N° | DESCRIPCIÓN | DILUCIÓN |
|-------------|-------------|----------|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |

NOTAS:

- 1 1 Las muestras a ser analizadas deberán ser numeradas conforme a la primera columna para identificación adecuada y luego deben ser analizadas en forma aleatoria
- 1 2 Las muestras concentradas A y B deben ser diluidas conforme lo anotado de la columna de dilución preparando un volumen suficiente para una única corrida, emplear pipetas y balones volumétricos clase A
- 1 3 El patrón de control deberá ser preparado a partir de una solución stock propia del laboratorio participante
- 1 4 Las soluciones para analizar deben ser preparadas inmediatamente antes de cada corrida, a partir de las muestras concentradas A y B y de la solución stock del laboratorio
- 1 5 Mantener las muestras concentradas A y B en frascos bien cerrados, guardarlos en la oscuridad y refrigerados (4°C), cuando no se usen; antes de retirar una alícuota para el análisis, esperar que las muestras tomen temperatura ambiente
- 1 6 Emplear siempre la misma agua destilada para los blancos y para las diluciones de las muestras concentradas A y B

2 RESULTADOS EN ORDEN ALEATORIO

| Orden de la lectura | Lote 1 | | Lote 2 | | Lote 3 | | Lote 4 | | Lote 5 | | Lote 6 | |
|---------------------|--------|------|--------|------|--------|------|--------|------|--------|------|--------|------|
| | Fecha | | Fecha | | Fecha | | Fecha | | Fecha | | Fecha | |
| | Sol n° | mg/l | Sol n° | mg/l | Sol n° | mg/l | Sol n° | mg/l | Sol n° | mg/l | Sol n° | mg/l |
| a | 1 | | 3 | | 2 | | 2 | | 4 | | | |
| b | 3 | | 1 | | 1 | | 1 | | 3 | | | |
| c | 2 | | 4 | | 3 | | 4 | | 2 | | | |
| d | 4 | | 2 | | 4 | | 3 | | 1 | | | |

OBSERVACIONES:

- 2 1 Las lecturas deben ser efectuadas en orden aleatorio conforme a la numeración del cuadro 2
- 2 2 Cada lote debe ser medido diariamente y completado en 5 (cinco) días
- 2 3 Los resultados deberán ser registrados directamente en términos de concentración (mg/l) con 3 (tres) cifras significativas cuando sea posible

3 CORRECCIÓN Y ORDENAMIENTO DE LOS RESULTADOS

| SOLUCIÓN N° | RESULTADOS CORREGIDOS CON EL TESTIGO | | | | | |
|-------------|--------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|
| | Lote 1 | Lote 2 | Lote 3 | Lote 4 | Lote 5 | Lote 6 |
| 1 | | | | | | |
| 2 | | | | | | |
| 3 | | | | | | |
| 4 | | | | | | |

OBSERVACIONES:

- 3 1 En el caso de que no sea necesaria la corrección del testigo (blanco o testigo = 0 000) ignorar el cuadro 3 y anotar los resultados directamente del cuadro 2

4 CÁLULO DE LAS DESVIACIONES ESTÁNDAR

| CÓDIGO | Solución N°2 x = 10 (X) | | Solución N°3 x = 10 (X) | | Solución N°4 x = 10 (X) | |
|---|-----------------------------|----------------|-----------------------------|----------------|-----------------------------|----------------|
| | x | x ² | x | x ² | x | x ² |
| Lote 1 | | | | | | |
| Lote 2 | | | | | | |
| Lote 3 | | | | | | |
| Lote 4 | | | | | | |
| Lote 5 | | | | | | |
| Suma (Σ) | | | | | | |
| $(\Sigma x)^2$ y $\frac{(\Sigma x)^2}{5}$ | | | | | | |
| $S_i^2 = \frac{\Sigma x^2 - (\Sigma x)^2/5}{4}$ | | | | | | |
| $S_i \text{ codificado} = \sqrt{S_i^2}$ | | | | | | |
| $S_i \text{ descodif} = \frac{S_i \text{ cod}}{10^a}$ | | | | | | |

OBSERVACIONES:

- ◆ Los cálculos serán efectuados sobre valores codificados $x = 1^a (X - b)$
- ◆ De cada resultado del cuadro anterior restar la media y multiplicar por 10^a en todas las lecturas para obtener números enteros positivos o negativos Colocar estos valores en la columna X

| | Solución N°1 | Solución N°2 | Solución N°3 | Solución N°4 |
|---|-----------------|-----------------|-----------------|-----------------|
| Concentraciones medias | | | | |
| Desviación estándar (S_i) | | | | |
| Desviación estándar de la media $s_{\bar{x}} = \frac{S_i}{\sqrt{5}}$ | | | | |

OBSERVACIONES:

- ◆ Concentraciones medias: valores de la última columna del cuadro 3
- ◆ Derivaciones estándar valores de la última línea del cuadro 4

MANUAL DE
PROCEDIMIENTOS
SIMPLIFICADOS DE
ANÁLISIS
QUÍMICOS DE
AGUAS
RESIDUALES

INDICE

| | PAG |
|---|-----|
| INTRODUCCION | i |
| 1 PRESERVACION Y TRANSPORTE DE MUESTRAS | 2 |
| 2 PARÁMETROS FÍSICOS - QUÍMICOS | 3 |
| 2 1 pH | 3 |
| 2 2 SÓLIDOS | 9 |
| 3 INDICADORES DE CONTAMINACIÓN BIOQUÍMICA | 12 |
| 3 1 OXÍGENO DISUELTO (OD) | 12 |
| 3 1 1 SUSTANCIAS QUE INTERFIEREN CON LA PRUEBA DE OD | 20 |
| 3 1 2 MEDICIÓN ELECTRÓNICA DE OXÍGENO DISUELTO | 21 |
| 3 2 DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO) | 22 |
| 3 2 1 EFECTO DE ALGUNAS VARIABLES EN EL ENSAYO DE DBO | 23 |
| 3 2 2 BASES MATEMÁTICAS DE LA DBO | 25 |
| 3 3 DEMANDA QUÍMICA DE OXÍGENO (DQO) | 29 |
| 3 3 1 RELACIÓN DE LA DQO CON OTROS CRITERIOS DE OXIDACIÓN | 33 |
| 3.3.2 VENTAJAS Y LIMITACIONES DEL ENSAYO DE DQO COMPARADO CON EL DBO | 34 |
| ANEXOS | |

INTRODUCCION

El presente manual describe en forma sencilla y resumida, los métodos de análisis seleccionados para aguas residuales, crudas y tratadas, cuya fuente principal de información usada en el desarrollo de este manual han sido los “Métodos Estándares para Examen de Agua y Aguas Residuales” de la Asociación Americana de Salud Pública (APHA, AWWA, WPCF) También hacemos referencia a los manuales del Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencia del Ambiente (CEPIS)

Con esta información , el laboratorio puede garantizar la veracidad de sus resultados, mediante prácticas adecuadas de muestreos representativos, mediciones adicionales necesarias y procedimientos de control de calidad analítica sobre todo de tipo interno

1. PRESERVACION Y TRANSPORTE DE MUESTRAS

Es muy difícil conseguir la preservación completa de una muestra. Las técnicas de preservación únicamente retardan los cambios químicos y biológicos que sobrevienen al remover la muestra de la fuente original. En el primer caso ocurren ciertos cambios en la estructura química de los constituyentes por efectos de las condiciones físicas. Los cationes metálicos pueden precipitarse como hidróxidos o formar otros complejos, los cationes y aniones pueden cambiar su estado de valencia bajo ciertas condiciones de reducción u oxidación, otros constituyentes pueden disolverse o volatilizarse con el transcurso del tiempo.

Los cambios biológicos en una muestra pueden transformar la valencia de un elemento en otra valencia distinta.

Los métodos de preservación tienen por objetivo

- a) Retardar la acción biológica
- b) Retardar la hidrólisis de compuestos y complejos químicos
- c) Reducir la volatilidad de los constituyentes

Los métodos de preservación se limitan usualmente al control de pH, adición química, refrigeración y congelación. En general, la refrigeración a temperaturas cercanas al punto de congelación o más bajas es la mejor técnica de conservación, pero no resulta aplicable a todo tipo de muestras.

También es importante el tipo de botella usada para el muestreo. Las de polietileno o vidrio son las más utilizadas y no son tan susceptibles a romperse. Las de vidrio tienen la ventaja de que el interior es fácilmente visible.

Preservantes importantes para muestras de agua

| PRESERVANTE | ACCIÓN | APLICABLE A |
|--|--|--|
| HgCl ₂ dicloruro de mercurio | Inhibidor bacteriano. | Formas nitrogenadas y fosfóricas. |
| HNO ₃ ácido nítrico | Solvente metálico, previene la precipitación. | Metales. |
| H ₂ SO ₄ ácido sulfúrico | Inhibidor bacteriano | Muestras orgánicas (DQO, aceite y grasa). nitrógeno, formas fosfóricas. |
| NaOH hidróxido de sodio | Formación de sal con compuestos volátiles. | Cianuros, ácidos orgánicos |
| Refrigeración | Inhibidor bacteriano retrasa las tasas de reacción química | DBO, color, olor, nitrógeno, etc organismos biológicos (coliformes, etc.). |

En general los recipientes para muestras deben ser elegidos en base a tres consideraciones principales

- a El material del recipiente puede causar contaminación en las muestras Ejemplo sodio y sílice pueden lixivarse del vidrio
- b Las sustancias a determinar pueden ser absorbidas por las paredes del recipiente
- c Los constituyentes de la muestra pueden reaccionar con el recipiente

Como regla general, deben usarse botellas de vidrio cuando van a determinarse compuestos orgánicos y de polietileno para las sustancias que sean constituyentes mayores del vidrio, como el sodio, potasio, y sílice

Las botellas de la muestra deben ser lavadas, con abundante detergente y agua potable, luego un enjuague con 1 l de ácido nítrico, agua potable, 1 l de ácido clorhídrico, agua potable y, finalmente, agua destilada o desionizada

Antes de recoger una muestra debe decidirse el tipo de datos que se desea obtener Ejemplo disuelto, suspendidos, totales o extraíbles

Agrupaciones de muestras recomendadas para la recolección de muestras

| VOLUMEN RECIPIENTE | AGENTE DE PRESERVACION | TIPO RECIPIENTE | PUEDE USARSE PARA |
|--|---|-------------------|-------------------------------------|
| 1-3 litros, dependiendo del número de parámetros a ser analizados. | Refrigeración a 4°C | Plástico o vidrio | Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) |
| 1-2 litros, dependiendo del número de parámetros a ser analizados. | Frio, 4°C, H ₂ SO ₄ a pH <2 | Vidrio | Demanda Química de Oxígeno (DQO). |

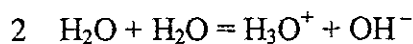
El tratamiento de los envases puede hacerse en cajas de madera cubiertas interiormente por un material aislante, conteniendo hielo en su interior El material aislante permite mantener las muestras a bajas temperaturas (4°C) durante el tiempo de almacenamiento

2 PARAMETROS FISICOS – QUIMICOS (5)

2.1 pH

A Definición y discusión general

$$1 \quad \text{pH} = -\log_{10} (\text{H}_3\text{O}^+)$$



$$K_w = (\text{H}_3\text{O}^+) (\text{OH}^-)$$

$$a \quad 25^\circ\text{C}, \quad K_w = 1.008 \times 10^{-14}$$

$$y \quad \text{pH} = 7$$

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14, \text{ donde } \text{pOH} = -\log_{10} [\text{OH}^-]$$

3 El pH del agua natural varía entre 5 y 9

4 El pH está relacionado también con la acidez, alcalinidad, amoníaco, bicarbonato, carbonatos, cloro, sulfuros de hidrógeno, hidróxido, fosfato

B. Agua potable

- 1 El pH puede indicar contaminación de la fuente
- 2 El pH es importante en el tratamiento
 - a) Coagulación
 - (1) Las aguas turbias deben ser coaguladas a un pH entre 6.5 y 7.5
 - (2) Las aguas coloreadas deben ser coaguladas a un pH entre 4.5 y 5.5
 - b) Desinfección

Es más efectiva a un pH menor de 7.5 debido a la presencia de HOCl y no de OCl⁻
- 3 El pH es importante para la estabilidad del agua tratada (el agua estable es necesaria para evitar la corrosión o la incrustación)

C. Aguas residuales

El pH óptimo para el uso de microorganismos en el tratamiento es entre 6 y 8. Un cambio de pH (ejemplo desechos industriales) puede dañar el proceso biológico.

Rangos de pH comúnmente encontrados en el tratamiento de aguas residuales domésticas

- a) aguas crudas 6.8 – 8.0
- b) lodos crudos 5.6 – 7.0
- c) lodos recirculados o sobrenadante del digestor 6.8 – 7.2
- d) efluente de la planta 6.0 – 8.0

D. Determinación del pH

- 1 Medidor de pH. Es el mejor método
- 2 Papel pH. No es muy exacto, porque el agua tiene poca capacidad amortiguadora
- 3 Colorimétrico. No es muy exacto, pues el agua tiene poca capacidad amortiguadora
- 4 La determinación del pH debe ser en el lugar de toma de muestra, porque el pH cambia cuando es llevado al laboratorio

pH

Método potenciométrico – Discusión general

El método potenciométrico de medición del pH tiene mayor precisión que el método colorimétrico y además está exenta de interferencias de la muestra, tales como color, turbiedad, cloro, materia orgánica, coloidal y agentes oxidantes y reductores. Los circuitos de estado sólido permiten que los medidores modernos de pH alcancen una precisión de ± 0.5 unidades de pH con modelos más baratos y mejor ± 0.005 unidades de pH en modelos más precisos.

Interferencias

Puede producirse errores de medición debido a fallas mecánicas o eléctricas que involucran baterías débiles, electrodos de vidrio deteriorados o muy antiguos, una unión líquida tapada en el electrodo de referencia, o llenados en forma inadecuada y presencia de suciedad en los electrodos. Se puede causar daños al limpiar o secar los electrodos de vidrio con una tela o papel abrasivo o sucio.

Puede haber errores cuando la temperatura de la solución amortiguadora y de las muestras varía en más de 5 °C. La aeración debe minimizarse durante la medición de las muestras, ya que un cambio de 1 mg/L de anhídrido carbónico puede alterar el pH de un agua de bajo residuo.

Aparatos

El medidor de pH consiste en un electrodo sensor y un electrodo de referencia que se conectan a un voltímetro, capaz de registrar el voltaje (fuerza electromotriz) de los electrodos de alta resistencia. El electrodo sensor se constituye habitualmente de un vidrio especial cuyo voltaje fluctúa con el pH de la muestra de agua.

El electrodo patrón de referencia de calomel proporciona un voltaje estable y constante (+0.246) contra el cual se puede comparar el voltaje del electrodo de vidrio selectivo de ion del hidrógeno. La escala del medidor está graduada en unidades de pH. Los modelos más versátiles incorporan una escala de milivoltios.

Electrodos

Vidrio

Para un funcionamiento estable y confiable es necesario sumergir en agua durante varias horas un electrodo de vidrio nuevo o uno que se haya secado después de un prolongado almacenamiento, sin las precauciones necesarias.

El electrodo normal de pH funciona mejor entre límites de pH de 1 a 9. El electrodo de vidrio presenta un ligero error en un pH inferior a 1.0.

Para ámbitos de pH por encima de 10 y para mediciones a temperatura por encima de 60 °C, se recomienda electrodos individuales especiales para evitar errores serios.

Referencia

Un electrodo de referencia normal de calomel, puede servir para medición de pH y cuando no esté en uso, el extremo del electrodo debe protegerse contra daños, usando un tapón de goma. Debe mantenerse el nivel adecuado del líquido en el electrodo, agregando solución saturada de cloruro de potasio hasta un punto situado a un cuarto de pulgada por debajo del agujero de relleno. La manga de goma que cubre el agujero de relleno debe quitarse antes de hacer cualquier determinación de pH.

Precauciones de Operación

Un medidor de pH debe estar estandarizado con una solución patrón específica. La solución amortiguadora patrón debe tener un pH similar al de la muestra de agua.

Es esencial que se enjuaguen cuidadosamente los electrodos para eliminar cualquier traza del amortiguador antes de introducir los otros amortiguadores y de hacer la posterior medición de la muestra.

Reactivos**Precauciones para la preparación de las soluciones amortiguadoras patrones:**

- a Los reactivos deben cumplir con las especificaciones de la Sociedad Norteamericana de Química
- b Se disuelven todas las sales sólidas en agua destilada durante la preparación de las soluciones amortiguadoras
- c Las soluciones amortiguadoras se preparan de acuerdo a las necesidades para evitar deterioro y cambios en el pH
- d Se almacenan las soluciones amortiguadoras en frascos de polietileno o de vidrio resistentes al calor, y a temperatura según indicaciones del fabricante
- e Eliminar las soluciones amortiguadoras en las que es visible el crecimiento de mohos

Agua destilada para la preparación de soluciones amortiguadoras patrón:

El agua destilada se hierve durante 15 minutos se tapa y se enfría a temperatura ambiente unos minutos antes de la preparación de las soluciones amortiguadoras

Solución amortiguadora patrón, pH 6.86 a 25 °C:

- a Se coloca por separado 4 g de fosfato de potasio monobásico (KH_2PO_4) y 4 g de fosfato dibásico. Se transfieren los reactivos pesados a un vaso de 100 0 mL y se disuelven en 30 0 mL de agua destilada
- b Pesar separadamente en una balanza analítica 3 388 g de fosfato de sodio dibásico. Transferir los reactivos a un vaso de 100 0 mL y disolverlo en 30 mL de agua destilada
- c Transferir la solución a un frasco volumétrico de un litro con tres porciones de 200 0 mL de agua destilada se diluye hasta la marca con agua destilada, taparlo y mezclar cuidadosamente

Solución amortiguadora patrón, pH 4.01 a 25 °C

- a En una balanza analítica se pesa 10 12 g de biftalato de potasio ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$). Transferirlo a un frasco de 500 0 mL y se disuelve en 300 0 mL de agua destilada
- b Transferir la solución a un frasco volumétrico de un litro con tres porciones de 200 ml de agua destilada, se diluye hasta la marca con agua destilada, se tapa y mezcla cuidadosamente

Solución amortiguadora patrón, pH 9.18 a 25 °C

- a Pesar en una balanza analítica 3 80 g de borato de sodio decahidratado (llamado también bórax) $\{\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7\cdot\text{H}_2\text{O}\}$. Se transfiere el reactivo a un vaso de 500 0 mL y se disuelve en 300 0 mL de agua destilada
- b Transferir la solución a un frasco volumétrico de un litro con tres porciones de 200 0 mL de agua destilada, diluir hasta la marca con agua destilada, tapar y mezclar cuidadosamente

PROCEDIMIENTO

Estandarización del medidor de pH

- 1 Se deben seguir las instrucciones del fabricante en relación al cuidado y operación del instrumento y los accesorios. Observar las precauciones generales. Se mojan los electrodos de vidrio y de referencia de calomel nuevos y se le prepara para su uso de acuerdo a las instrucciones del fabricante
- 2 Enjuagar los electrodos con agua destilada o desionizada
- 3 Secar bien los electrodos con toalla de papel suave
- 4 Llenar el vaso con el volumen adecuado de la solución amortiguadora de fosfato de pH 6.9
- 5 Introducir los electrodos en la solución, hasta que los bulbos estén sumergidos y libre de burbujas de aire adheridas
- 6 Leer la temperatura de la solución amortiguadora con un termómetro
- 7 Ajustar el dial de temperatura del medidor de pH a la temperatura de la solución amortiguadora
- 8 Encender el medidor de pH y dejar que se caliente durante un minuto o más
- 9 Ajustar el instrumento al valor de pH de la solución amortiguadora patrón. Asegurar que la aguja este estable
- 10 Volver el instrumento a la posición de reposo
- 11 Levantar los electrodos hasta que estén libres de la solución amortiguadora patrón y reemplazar el vaso de esta solución con un vaso de precipitado para residuo
- 12 Enjuagar los electrodos con agua destilada y se seca como describe los pasos (2 y 3). Se saca el vaso de precipitado para residuos
- 13 Continuar con el paso 14.0.6 dependiendo de la precisión deseada o la estabilidad del instrumento
- 14 Elegir el amortiguador de biftalato de pH 4 si la muestra de agua va a estar por debajo de pH 7 o el amortiguador de borato de pH 9 si la muestra va a estar por encima de este pH
- 15 Repetir los pasos 4 al 12, se consideran aceptable una lectura del pH con la segunda solución amortiguadora cuando difieren en menos de ± 0.05 unidades de pH del valor anotado para la temperatura estipulada en el cuadro 5. Se aumenta la variación hasta 0.1

unidades de pH si una precisión menor es satisfactoria o se reemplaza el electrodo de pH. Repetir la estandarización desde el paso 2 en adelante si la variación es inaceptable.

Variación de los valores del pH de soluciones amortiguadoras patrón con la temperatura

| Temperatura °C | Valores de pH de las soluciones amortiguadoras patrón | | |
|-------------------|---|---|-----------------|
| | Biftalato de potasio | Fosfato de potasio monobásico con fosfato de sodio dibásico | Borato de sodio |
| 0 | 4 003 | 6 984 | 9 464 |
| 5 | 3 999 | 6 951 | 9 395 |
| 10 | 3 998 | 6 923 | 9 332 |
| 15 | 3 999 | 6 900 | 9 276 |
| 20 | 4 002 | 6 881 | 9 225 |
| 25 | 4 008 | 6 865 | 9 180 |
| 30 | 4 015 | 6 853 | 9 139 |
| 35 | 4 024 | 6 844 | 9 102 |
| 38 | 4 030 | 6 840 | 9 081 |
| 40 | 4 035 | 6 838 | 9 068 |
| 45 | 4 047 | 6 834 | 9 038 |
| 50 | 4 060 | 6 833 | 9 011 |
| 55 | 4 075 | 6 834 | 8 985 |
| 60 | 4 091 | 6 836 | 8 962 |
| 70 | 4 126 | 6 845 | 8 921 |
| 80 | 4 164 | 6 859 | 8 885 |
| 90 | 4 205 | 6 877 | 8 850 |
| 95 | 4 227 | 6 886 | 8 833 |

Determinación de la muestra

- 1 Encender el instrumento y se mantiene preparado
- 2 Enjuagar los electrodos con la solución amortiguadora patrón y reemplazar el vaso de la solución con un vaso para residuos
- 3 Enjuagar los electrodos con agua destilada y secarlos. Luego enjuagar con una pequeña cantidad de la muestra y sacar el vaso para residuos
- 4 Llenar el vaso limpio con el volumen adecuado de la muestra
- 5 Sumergir los electrodos en la muestra de agua, hasta sumergir las áreas sensoras
- 6 Leer la temperatura de la muestra de agua
- 7 Ajustar el dial de temperatura a la que tiene la muestra de agua y encender el medidor de pH
- 8 Leer el pH de la muestra, en la escala. Asegurar que la aguja haya alcanzado estabilidad
- 9 Volver el instrumento a la posición de reposo
- 10 Repetir los pasos del (2) al (9) cuando se van a determinar muestras de agua adicionales

2.2 Sólidos.(5)

A. Definición

- 1 Se miden las clases de materiales y no las sustancias químicas específicas
- 2 Existen varias maneras para medir sólidos Estas son
 - a) Sólidos filtrables (disueltos) pasan a través de un filtro estándar de fibra de vidrio y son secados a peso constante a una temperatura de 180 °C
 - b) Sólidos no filtrables (suspendidos) son retenidos por un filtro estándar de fibra de vidrio y son secados a peso constante a una temperatura de 103 – 105 °C
 - c) Sólidos totales son productos de la suma de los sólidos filtrables y no filtrables
 - d) Sólidos volátiles el residuo obtenido en la determinación de los sólidos totales, filtrables o no filtrables se calienta a 550 °C en un horno mufla La pérdida de peso corresponde a los sólidos volátiles
 - e) Sólidos sedimentables volumen de sólidos (expresados en mL/L) que sedimentan en una hora en un cono Imhoff

B. Agua potable

- 1 Los sólidos filtrables son más importantes por razones estéticas y de salud
- 2 El límite recomendado es de 500 0 mg/L
- 3 El límite aceptable es de 1,500 0 mg/L
- 4 la remoción de sólidos disueltos es conseguido por
 - a) Resinas de intercambio iónico
 - b) Osmosis inversa
 - c) Electrólisis
 - d) Ablandamiento con cal – soda

C. Aguas residuales

- 1 los sólidos son muy importantes
 - a) Usados en el diseño de unidades de tratamiento
 - b) Usados en el control del proceso de tratamiento
- 2 Los sólidos son usados para estimar la materia orgánica y la inorgánica
 - a) Materia inorgánica – no volátil
 - b) Materia orgánica – volátil
 - c) Para aguas crudas

| | Sólidos totales (mg/L) | DBO (mg/L) |
|-----------------------------|----------------------------|---------------|
| Aguas residuales domésticas | | |
| • Débil | ± 200 | ± 100 |
| • Normal | 300 | 200 |
| • Fuerte | 1,000 | 300 |

3 Relación de los sólidos totales, disueltos, sedimentables y suspendidos en agua cruda

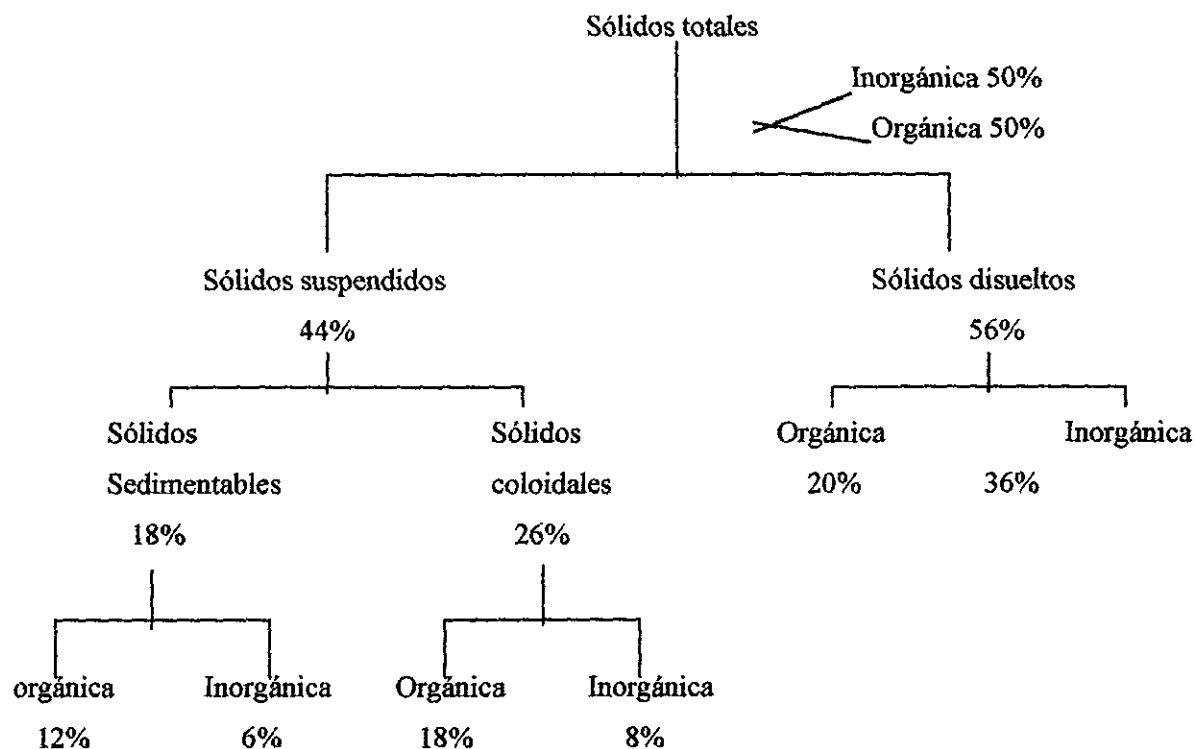


figura 2

Sólidos

Sólidos totales

Este residuo corresponde al residuo remanente después de secar una muestra de agua servida. Corresponde a la suma del residuo filtrable y no filtrable. El total de las aguas con alto contenido de materia orgánica se determina a 103 – 105 °C el residuo total de acuerdo a la naturaleza de los compuestos que lo constituyen pueden dividirse en residuo fijo y volátil.

El conocimiento del contenido de sólidos totales de un agua residual tiene un interés reducido. Lo importante es conocer el desdoblamiento de los “sólidos totales” en “sólidos no filtrables” y “sólidos filtrables” y en “sólidos fijos” y “sólidos volátiles”.

Sólidos totales = sólidos no filtrables + sólidos filtrables

$$ST = SS + SD$$

Sólidos totales = sólidos fijos + sólidos volátiles

$$ST = SF + SV$$

Muestreo y preservación

Se efectúa los análisis tan rápido como sea posible debido a que no es práctico preservar la muestra. Se excluye las partículas no representativas tales como hojas, peces, palos, y masas de materia fecal.

Se deben usar botellas de vidrio resistentes, ya que el agua tiene considerable acción solvente en el vidrio no resistente y puede aumentar el contenido mineral de la muestra. Las botellas de plástico previenen la adherencia del material de las paredes.

Residuo total secado a 103 – 105 °C

Una muestra homogenizada se evapora y seca en una cápsula de porcelana hasta que su peso sea constante en una estufa a 103 – 105 °C. El incremento del peso sobre la cápsula vacía representa el residuo total.

Aparatos

Cápsula de evaporación de porcelana de 100.0 mL de capacidad.

Mufla para operar a 550 ± 50 °C

Baño de agua

Horno de secado con control termostático con variación de temperatura de ± 1 °C

Desecador, provisto con un desecante con indicador de color

Balanza analítica de 200 g de capacidad y sensibilidad de ± 0.1 mg

Procedimiento

- 1 Calcinar la cápsula de porcelana a 550 ± 50 °C, durante una hora en una mufla.
- 2 Enfriar, desecar, pesar y almacenar, para su uso.
- 3 Transferir la muestra medida de 50.0 mL a la cápsula prepesada y se evapora a sequedad en el baño de vapor de agua o en un horno desecador. Cuando se evapora en horno desecador, la temperatura deberá ser baja, aproximadamente 98 °C para evitar que hierva y salpique la muestra.
- 4 Secar la muestra evaporada por lo menos una hora a 103 – 105 °C.
- 5 Enfriar la cápsula en un desecador y pesar.
- 6 Repetir el ciclo de secado de 103 – 105 °C, enfriando, desecando y pesando hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor que 4 % del peso anterior, o 0.5 mg, el cual siempre es menor.

Cálculos

$$\text{Residuo Total en mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

donde

A = peso de la muestra + cápsula

B = peso de la cápsula

Residuo total volátil y fijo a 550 °C

La determinación es útil en el control de la operación de plantas de aguas residuales porque ofrece una aproximación gruesa de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, debido a que los resultados también pueden reflejar pérdida de agua de cristalización, pérdida de materia orgánica antes de la combustión

Aparatos

Cápsula de evaporación de porcelana de 100 0 mL de capacidad

Mufla para operar a 550 ± 50 °C

Baño de agua

Horno de secado con control termostático con variación de temperatura de ± 1 °C

Desecador, provisto de un desecante indicador de color

Balanza analítica de 200 g de capacidad y sensibilidad de ± 0.1 mg

Papel filtro whatman 934 AHO

Procedimiento

- 1 Se calcina el residuo producido a peso constante en horno de mufla a una temperatura de 550 ± 50 °C
- 2 Alcanzada la temperatura anterior, está se mantiene por 15 o 20 minutos
- 3 Mantener la cápsula de porcelana en el aire hasta que se enfríe parcialmente y se transfiere al desecador para su enfriamiento final en un ambiente seco
- 4 No recargar el desecador
- 5 Pesarse la cápsula tan rápido como se enfríe completamente
- 6 Reportar la pérdida de peso en la calcinación como el residuo total volátil y el peso del residuo como residuo fijo

Cálculos

$$\text{Residuo Volátil en mg/L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{mL de muestra}}$$

donde

A = peso del residuo + cápsula antes de ignición, mg

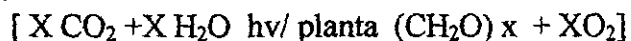
B = peso del residuo + cápsula después de ignición, mg

3 INDICADORES DE CONTAMINACION BIOQUIMICA.**3.1 Oxígeno Disuelto. (5)****L Fuentes**

A, Aeración natural (Aire = 21 % de oxígeno)

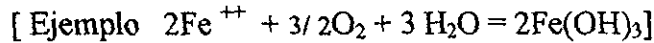
(agua = 0.0009 % de oxígeno)

B, Fotosíntesis



II. Causas de la disminución del oxígeno

- A Respiración de las plantas
- B Demanda bioquímica de oxígeno (DBO) de materias orgánicas y sedimentos
- C Desaeración – supersaturación
- D Iones inorgánicos



III Solubilidad del oxígeno en el agua

A Ley de Dalton sobre presiones parciales

$$P = P_1 + P_2 + P_3 +$$

$$P = P_{\text{N}_2} + P_{\text{O}_2} + P_{\text{CO}_2} +$$

B Ley de Henry

$$S = K P_{\text{O}_2}$$

Donde

S = solubilidad del oxígeno

K = constante

P_{O_2} = presión del oxígeno sobre el agua

o

$$S = \frac{B \% / 100 (P - V.P.)}{760}$$

Donde

S = solubilidad del oxígeno en mL (medio a T, PN) por mL de agua

% = porcentaje de volumen de oxígeno en base seca

p = presión atmosférica total

V P = presión del vapor del agua a la presión y temperatura establecida

B = constante conocida como coeficiente de Bunsen

C. Factores que se deben considerar

1. Elevación

La presión parcial del oxígeno cambia de acuerdo a la presión total (o elevación)

| Elevación | Presión atm | Solubilidad O_2 | T |
|-----------|-------------|--------------------------|-------|
| 0 m | 760 mmHg | 9.17 mg/L | 18 °C |
| 300 m | 732 mmHg | 8.83 mg/L | 18 °C |
| 1725 m | 626 mmHg | 7.55 mg/L | 18 °C |

2. Temperatura

La solubilidad decrece con el aumento de la temperatura

| Temperatura | Solubilidad O_2 mg/L |
|-------------|-------------------------------|
| 0 | 14.7 |
| 5 | 12.8 |
| 10 | 11.3 |
| 20 | 9.2 |
| 50 | 4.8 |

3. Profundidad

La solubilidad del oxígeno en lagos estratificados decrece rápidamente con el aumento de profundidad

| Profundidad | Oxígeno Disuelto |
|-------------|------------------|
| 0 m | 5.3 mg/L |
| 1 m | 3.5 mg/L |
| 5 m | 0.0 mg/L |

4. Sólidos Disueltos. (S.D.)

Un aumento en S.D. provoca una disminución de O.D.

| | Temperatura | Oxígeno Disuelto |
|-------------|-------------|------------------|
| Agua fresca | 0 °C | 10.27 mg/L |
| Agua salada | 0 °C | 8.08 mg/L |
| Agua fresca | 30 °C | 5.57 mg/L |
| Agua salada | 30 °C | 4.52 mg/L |

IV. Criterios y normas sobre calidad del agua

- A O.D. necesario para la supervivencia de organismos acuáticos (p. Ej. los peces necesitan 5.0 mg/L en períodos largos y 3.0 mg/L en períodos cortos, pero varía según las especies)
- B Los malos olores pueden ser causados por la ausencia de oxígeno (p. Ej. alcantarilla séptica)
- C La corrosión puede deberse a altos niveles de oxígeno en suministros de agua municipales o industriales

DETERMINACIÓN DEL OXÍGENO DISUELTO

Esta determinación es importante, como medio para medir la adecuación de las corrientes para la vida de los peces y para calcular los grados de polución y la posibilidad de que ocurran situaciones desagradables en ríos que han recibido aguas residuales, efluentes del tratamiento de aguas residuales y otros desperdicios. Es la base de la medida de la Demanda Bioquímica de Oxígeno de las aguas residuales y otros desperdicios líquidos.

Las primeras dificultades para realizar la determinación de Oxígeno Disuelto guardan relación con la recolección de la muestra, la cual no debe estar aerada o desaerada artificialmente, y no debe permanecer por mucho tiempo a una temperatura alta como para permitir que las bacterias y los otros organismos presentes en la muestra consuman el Oxígeno Disuelto en su oxidación biológica, ni para que escapen los gases disueltos. A fin de conseguir una muestra sin cambios, pueden utilizarse colectores especiales para muestras, las cuales previenen la pérdida de oxígeno por actividad biológica o escape de gases, la botella que contiene la muestra, bien taponada generalmente con sello de agua es enfriada a 3 ó 4 °C, o se empieza el examen inmediatamente hasta finalizarlo o por lo menos hasta un punto medio en el cual el oxígeno disuelto esté combinado químicamente en forma segura y retenido, hasta que la determinación pueda concluirse.

El método de Winkler para determinación de oxígeno disuelto, se realiza, añadiendo primero una solución de sulfato de manganeso, $MnSO_4 \cdot 4H_2O$, con el extremo de la pipeta

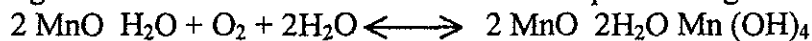
debajo de la superficie del líquido de la botella de la muestra. Esta solución concentrada sedimenta rápidamente. Luego se añade una solución fuertemente alcalina de hidróxido de sodio, conteniendo yoduro de potasio (KI) y azida de sodio (NaN_3) que sedimenta rápidamente.

La botella se taponada teniendo mucho cuidado para no introducir burbujas de agua en ella. Luego agitarla vigorosamente invirtiéndola en forma repetida para que entren en contacto los reactivos y el precipitado resultante con toda la muestra.

El sulfato Manganoso y el Alkali reaccionan así:



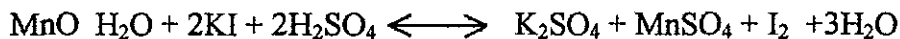
Este hidróxido ligeramente coloreado de rosado es oxidado por el Oxígeno Disuelto:



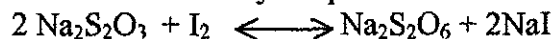
Se deja luego que el precipitado sedimente en la botella, para que el siguiente reactivo sea introducido y la botella taponada, las partículas del precipitado no escapen con el exceso de líquido.

Cuando el precipitado este bien sedimentado se añade ácido sulfúrico concentrado y se libera yodo del yoduro de potasio que fuera introducido con la solución alcalina.

La reacción es:



El yodo liberado es titulado con una solución estándar de tiosulfato de sodio, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. La reacción de la acción del tiosulfato sobre el yodo puede ser:



Se emplea almidón como indicador interior, se agrega hasta que el tiosulfato se haya combinado con el yodo para que este último presente un color amarillo - paja ligero. El color dado por el almidón a las soluciones es verde al comienzo, luego se torna azul puro y después desaparece completamente en el punto final de la titulación. Conociendo el valor del tiosulfato en términos de oxígeno y del volumen de la muestra titulada, puede calcularse el número de partes por millón de Oxígeno Disuelto.

Si se determinó la temperatura del agua al momento de recolectar la muestra y se conoce el contenido del cloro del agua, puede obtenerse la solubilidad del oxígeno en el agua en las tablas del libro Métodos Estándares.

Otras modificaciones al método Winkler original

Los siguientes procedimientos son los más importantes entre las muchas modificaciones para el método de Winkler. El método de Winkler no modificado en aguas es usado únicamente en aguas relativamente puras que contengan menos de 0.1 ppm de nitrógeno como nitrito y menos de 0.5 ppm de hierro ferroso.

1. Oxidación de yoduro por permanganato – Rideal-Stewart

Este método se utiliza cuando existen considerables cantidades de nitrito o de hierro ferroso. Una parte por millón de hierro ferroso causará lentamente una pérdida aparente de 0.14 ppm de yoduro. Esta modificación no es recomendable cuando los desechos contienen materia orgánica relativamente estable como azúcares, almidones, etc. Ni para desechos de sulfato, barro fluvial o aguas residuales sin diluir. El exceso de permanganato es destruido por el oxalato antes de aplicar el procedimiento Winkler.

2. Modificación permanganato-fluoruro

Este procedimiento tiene como fin la oxidación del nitrito y otras materias oxidables por medio del permanganato y también unir el hierro y el flúor en un compuesto que no interfiera con la correcta liberación de yodo.

El exceso de permanganato es destruido por el oxalato antes de comenzar con el procedimiento de Winkler. Se utiliza cuando la muestra contiene más de 5 ppm de hierro.

3. Modificación de Alsterberg o de azida

Esta modificación tiene como fin remover el nitrito que es la causa más común de interferencia cuando se examinan aguas superficiales o muestras incubadas de DBO. La azida de sodio, (NaN_3) es añadida ya sea a una muestra moderadamente acidificada, antes de aplicar el procedimiento de Winkler, o a la solución alcalina de yoduro y se realiza el procedimiento de Winkler sin modificaciones aparentes a excepción de la adición final de una cantidad mayor de ácido sulfúrico antes de la titulación.

4. Modificación de hipoclorito alcalino

Este método es para determinar el Oxígeno disuelto en muestras que contienen sulfitos, tiosulfatos, politionatos, cloro libre, o hipocloritos, como en los desechos de la industria de pulpa y papel en los efluentes clorados. Una solución de hipoclorito alcalino es añadida a fin de oxidar las sustancias que interfieren, el exceso de hipoclorito es removido con una solución diluida de sulfato de sodio y se aplica el método Winkler.

5. Modificación por floculación con sulfato de Aluminio

Las muestras de agua residuales domésticas crudas y las que contienen muchos sólidos en suspensión interfieren con el procedimiento de Winkler, pero estos sólidos pueden ser removidos añadiendo una solución de sulfato de Aluminio para coagular la muestra.

La Solución de sulfato de aluminio es seguida por hidróxido de amonio. Después de mezclarla, dejar sedimentar la muestra. El líquido sobrenadante es sifoneado a botellas para la prueba de Oxígeno Disuelto, después seguir el procedimiento de Winkler.

6. Modificación abreviada de Theriavet

Se utiliza este procedimiento cuando se tiene materia orgánica fácilmente oxidable al pH del tratamiento de yoduro alcalino. Se utiliza en muestras no diluidas de aguas residuales domésticas. Mezclar durante 20 segundos y adicionar 2.0 mL de ácido sulfúrico antes que el precipitado sedimente.

7, Modificación Pomeroy-Kirshman-Alsterberg

Se aplica a aquellas aguas sobresaturadas con oxígeno y aquellas con alto contenido orgánico. Difiere de la modificación de Alsterberg sólo en la concentración de hidróxido de sodio se reduce de 500 0 a 400 0 g/L y la concentración de yoduro de sodio aumenta de 135 0 g a 900 0 g de yoduro de sodio por litro. Esta cantidad de yoduro de sodio es suficiente para determinar hasta 40 0 mg/L de Oxígeno Disuelto.

INDICADORES DE CONTAMINACIÓN BIOQUÍMICA

Oxígeno Disuelto (OD) (5)

Los niveles de oxígeno Disuelto en aguas naturales y residuales depende de las actividades físicas, químicas y bioquímicas que ocurren en el agua y su presencia es fundamental para la vida acuática, vegetal y animal para evitar la descomposición anaeróbica de la materia orgánica.

La concentración de saturación de oxígeno disuelto en el agua depende de varios factores: temperatura, presión y salinidad.

Este análisis es una prueba clave en el control de la polución de agua y en control de los procesos de tratamiento de aguas residuales.

Método de Winkler- Modificación de Azida de Sodio

La prueba está basada en la adición a la muestra de una solución de manganeso divalente, seguido por un álcali fuerte dentro de un frasco con tapa de vidrio.

El OD presente oxida una cantidad equivalente del hidróxido manganeso precipitado y lleva hidróxido a estados de valencia más altos. En la presencia de iones yoduro y acidez, el manganeso oxidado revierte a su estado divalente con la liberación de yodo equivalente al OD originalmente contenido en la muestra. El yodo es titulado con una solución estándar de tiosulfato.

El método de la modificación de la azida, elimina las interferencias causadas por nítritos comunes en efluentes de sistemas de tratamiento biológicos y muestras de DBO incubadas. El uso de esta técnica es para muestras que contienen más de 50 0 µg/L de NO₂-N y no más de mg/L de hierro (II), en caso contrario se le adiciona 1 0 mL de fluoruro de potasio antes que la muestra sea acidificada. El método se puede aplicar en presencia de 100 0 a 200 0 mg/L de ion férrico.

Preservación de las muestras

Se determina el OD inmediatamente en todas las muestras que tengan Demanda de Oxígeno o yodo.

Las muestras sin demanda de yodo pueden almacenarse durante algunas horas sin producir cambios después de adicionar la solución de sulfato manganeso, yoduro alcalino y ácido sulfúrico, agitar para mezclar completamente. Proteger las muestras de la luz solar y titular tan rápido como sea posible.

Para muestras con demanda de yodo, preservar de 4 a 8 horas por adición de 0.7 mL de H_2SO_4 concentrado y 1.0 mL de solución de azida de sodio (2g NaN_3 /100 mg) en botella de OD y mantener a una temperatura entre 10 y 20°C. Rápidamente completar la prueba agregando 2.0 mL de solución de manganeso, 3.0 mL de yoduro alcalino y 2.0 mL de H_2SO_4 conc.

Aparatos

Botellas de DBO, de 300.0 mL
 Bureta automática de 50.0 mL
 Pipetas con graduación de volúmenes conocidos
 Matraces y erlenmeyer de 500.0 mL
 Frascos volumétricos calibrados a 20.3.0 mL

Reactivos

a Solución de sulfato de manganeso

Se disuelve 480.0 g de $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ (400.0 g $MnSO_4 \cdot 2H_2O$ ó 364.0 g $MnSO_4 \cdot H_2O$) en agua destilada, filtrar y diluir a un litro. Esta solución no debe dar color cuando se le adiciona a una solución acidificada de KI.

b Solución de álcali, yoduro, nitruro

Se disuelve 500.0 g NaOH y 135.0 g NaI en agua destilada y se diluye a un litro. Se adiciona 10.0 g de azida de sodio disuelta en 40.0 mL de agua destilada. Esta solución no debe dar color con la solución de almidón cuando está diluida y acidificada.

c. Acido sulfúrico concentrado

1.0 mL es equivalente a 3.0 mL de solución álcali-yoduro-nitruro

d. Solución de almidón

Se adiciona una suspensión de 5.0 g de almidón en agua fría a 800.0 mL de agua destilada hirviendo con agitación, diluir a un litro y dejar sedimentar toda la noche. Se usa el sobrenadante y se preserva con unas gotas de tolueno.

e. Solución de tiosulfato de sodio 0.10 N.

Se disuelve 24.82 g de $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ en agua destilada hervida y enfriada y se diluye a un litro. Se preserva agregando 5.0 mL de cloroformo o un gramo de NaOH/L.

f. Solución de tiosulfato de sodio 0.025 N.

Se disuelve 6.205 g $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ en agua destilada recientemente hervida y enfriada, diluir a un litro. Se preserva agregando 5.0 mL de cloroformo, 1.00 mL = 200 µg OD.

g Estandarización con dicromato de potasio

Disolver aproximadamente 2.0 g de KI en un Erlenmeyer con 100.0 ó 150.0 mL de agua destilada. Se adiciona 10.0 mL de H_2SO_4 (1 + 9), luego 10.0 mL de solución estándar de dicromato de potasio, 0.25.0 N (1.226 g/L seco a 103°C), se diluye a 200.0 mL. Se pone en un lugar oscuro por cinco minutos y se diluye a aproximadamente 400.0 mL y se titula con 0.0250 N de la solución de tiosulfato.

h. Reactivo especial de fluoruro de potasio.

Se disuelve 50.0 g KF · 2H₂O en agua destilada a 100.0 mL

Procedimiento

- 1) A una muestra de 300.0 mL contenida en una botella de OD, se adiciona 2.0 mL de solución de sulfato de manganeso seguidos por 2.0 mL de solución de álcali, yoduro, nitrato bajo la superficie del líquido. Preservar a 20°C, tapar cuidadosamente para eliminar todas las burbujas de aire, mezclar por inversión por lo menos 15 veces y se preserva a 20°C
- 2) Cuando el sedimento ha dejado una superficie sobrenadante clara sobre los flocos de hidróxido de manganeso, se agita otra vez. Después de dos minutos de que se ha sedimentado nuevamente y ha quedado por lo menos 100.0 mL de sobrenadante transparente, cuidadosamente se remueve la tapa e inmediatamente se agrega 2.0 mL de H₂SO₄ concentrado, se deja correr por el cuello de la botella, se tapa nuevamente y se mezcla invirtiendo varias veces hasta que la disolución sea completa. Se distribuye el yodo uniformemente antes de retirar de la botella la cantidad necesaria para la titulación.
Tomar 203.0 mL en un frasco Erlenmeyer previamente calibrado a esta medida
- 3) Titular con una solución de tiosulfato 0.0250 N hasta alcanzar un color amarillo pálido.
Se adiciona 1.0 mL de solución de almidón y se continúa la titulación hasta la primera desaparición del color azul. No se toma en cuenta las siguientes recolecciones debido a efectos catalíticos de sustancias interferentes

Cálculos

Para 200.0 mL de muestra original

1 mL de tiosulfato 0.0250 N equivale a 1 mg/L OD

Método del electrodo de membrana

Este método es recomendado principalmente para las muestras que contienen materiales que interfieren con el procedimiento de Winkler modificado, ejemplo sulfito, tiosulfato, mercaptanos, cloro libre o hipocloritos, color, turbiedad y otros

En la determinación de DBO, cuando no se desea perder la muestra midiendo el OD, este método puede sustituir el método de Winkler (ver pág 16)

El medidor electrónico a donde va conectado el sensor de Oxígeno Disuelto se calibra en la escala conveniente (ejemplo de 0 a 10, de 0 a 15, 0 a 20 mg/L) con una sensibilidad aproximada de 0.05 mg/L. La dinámica entre fases en la interfase sensor-muestra es un factor en la respuesta del sensor, siendo necesario un grado significativo de turbulencia interfacial. Para obtener datos de precisión la agitación debe ser constante

Toma de muestra y preservación.

Ver la sección sobre el método de Winkler modificado

Interferencias

No se conoce qué compuestos orgánicos disueltos interfieren en los sensores de oxígeno

Aparatos

Entre las marcas que han sido evaluadas y de buena sensibilidad están el analizador de OD Weston & Stack modelo 30, los de Yellow Spring Instruments (YSI) modelo 54 y 57 y el analizador de oxígeno Beckman Hieldlab

La calibración, procedimiento y los cálculos, deben seguirse las instrucciones del manual proporcionado por el fabricante

3.1.1 Sustancias que interfieren con la prueba O.D

| Sustancia | Efectos en la Prueba | Modificación usada | Descripción de la Modificación; Razón Para Su Uso |
|---|---|--|--|
| Nitrito, NO_2^- | Altos resultados, oxida el yoduro Punto final recurrente $2\text{HNO}_2 + 2\text{HI} = \text{N}_2\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{I}_2$ $2\text{N}_2\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + \text{O}_2 = 4\text{HNO}_2$ | Rideal - Stewart | Añadir H_2SO_4 , KmnO_4 Oxida NO_2 a NO_3 Remueve exceso de KmnO_4 con oxalato, se procede como en la prueba de Winkler |
| | | Azida | Añadir NaN_3 , ya sea como tratamiento preliminar, con ácido, o en yoduro alcalino Reduce NO_2^- a N_2 |
| | | Acido Sulfámico | $\text{H}(\text{NH}_2)\text{SO}_3$ reduce NO_2 a N_2 . S.W.J. 13,542 (1941) |
| Materia organica arriba de 1000 ppm como dextrosa o peptona | Bajos resultados, materia orgánica oxidada por O_2 a un pH de 12 | Winkler corto | Corta el período de alcalinización, acidifica inmediatamente después del batido Ind. Eng Chem Anal Ed 4,59 - (1932) |
| Sulfito, tiosulfatos, politionatos (residuos de la molienda del sulfito) | Bajos resultados, reduce O_2 | Hipoclorito alcalino | Añadir hipoclorito alcalino y ácido KI neutralizar, I_2 con Na_2SO_3 , proceder con la prueba de Winkler, Ind Eng Chem Anal Ed 4,59(1932) |
| Cloro o hipoclorito 1 ppm Cl_2^- 0.23 ppm O_2 | Altos resultados que liberan el I_2 | Hipoclorito alcalino parcial | Empieza con la adición de ácido KI, como mas arriba |
| Sales férricas 1 ppm produce resultados de 0 10 a 0 13 ppm mas altos | Altos resultados liberan I_2 especialmente si se demora la titulación | Rideal - Stewart con fluoruro Si se demora la titulación mas de 1 hora, usar H_3PO_4 en vez de H_2SO_4 | Añadir solución de fluoruro de potasio como parte del procedimiento Rideal - Stewart Se forma complejo férrico Public Health Bull 15.1 |
| Sales ferrosas 1 ppm Fe 0.14 ppm O_2 | Bajos resultados reduce O_2 | Rideal - Sterwart con fluoruro | KmnO_4 oxida Fe Ind Chem. 15,1186 (1923) |
| Sólidos orgánicos en suspensión (suspensiones de Iodo) | Bajos resultados | Floculación de aluminio | Flocular con aluminio y NH_4OH , sedimentar decantar, utilizar el método Winkler abreviado Ind Eng Chem Anal Ed 12,711 (1940) |

3.1.2 Medición electrónica de Oxígeno Disuelto

- a Basada en celda electroquímica (dos tipos)
- 1 Celda galvánica (o voltáica) produce energía a partir de un cambio químico (ver figura 1)
 - a Aplicado el caso de oxígeno, se mide la energía eléctrica producida como resultado de la reducción de oxígeno

$$\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{OH}^-$$

$$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{OH}^-$$
 - b Si el contenido de oxígeno es pequeño, la corriente eléctrica es pequeñísima y el instrumento tarda más en responder
 - c Electrodo galvánico para oxígeno, consisten en un ánodo que se descompone y un cátodo hecho de un metal noble en un electrolito apropiado. Generalmente se utiliza plomo para el ánodo
 - 2 Celda Polarográfica (electrolítica) - produce un cambio químico a partir de energía eléctrica (ver figura 2)
 - a Aplicado el caso de oxígeno se usa una corriente eléctrica para proveer energía necesaria para la reducción de oxígeno

$$\text{O}_2 + 2\text{H}_2\text{O} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{OH}^-$$

$$\text{H}_2\text{O}_2 + 2\text{e}^- \rightarrow 2\text{OH}^-$$
 - b La medición depende de un cambio en la corriente eléctrica causada por la liberación de electrones durante la reducción de oxígeno
 - c Los electrodos polarográficos normalmente consisten de los metales nobles cubiertos por membranas selectivas

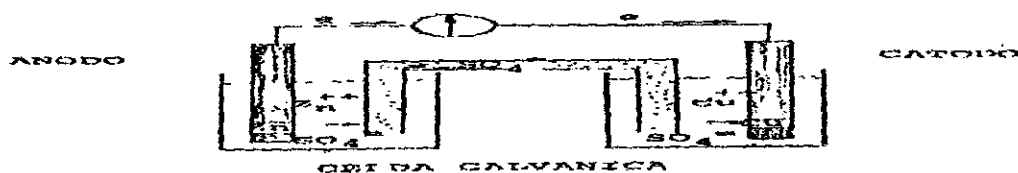


Figura 1

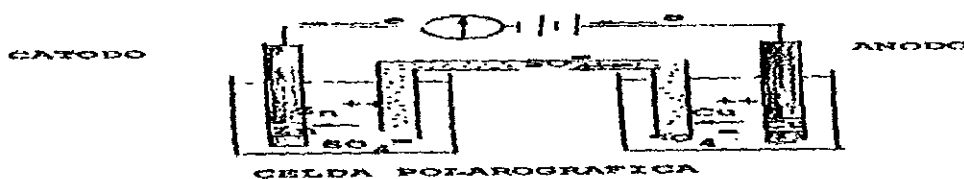


Figura 2

3.2 Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) ⁽⁵⁾

- A La Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) es una forma de estimar el oxígeno que una población microbiana heterogénea requiere en un tiempo y a una temperatura dada para oxidar la materia orgánica en una muestra de agua
- B Su DBO normalmente se determina después de 5 días (DBO₅)
- C Método directo
1. Con aguas superficiales no muy contaminadas (aquellas cuya DBO₅ es menor que 8) se puede incubar la muestra sin diluir
 2. Con desechos domésticos e industriales, efluentes tratados, y con aguas superficiales contaminadas, es necesario diluir la muestra antes de incubarla

| DBO ₅ mg/L | % de muestra | |
|-----------------------|--------------|-------------------------------|
| 5 – 20 | 25 – 100 | Ríos contaminados |
| 20 – 100 | 5 – 25 | efluente de desechos tratados |
| 100 – 500 | 1 – 5 | Desechos domésticos |
| 500 – 5000 | 0.1 – 1.0 | Desechos industriales |

D Procedimiento

1. Técnica de dilución en cilindros

- a Estime la DBO₅ de la muestra y determinar las diluciones a ser utilizadas, las que consumen por lo menos 2.0 mg/L y dejan un residuo de 1.0 mg/L. Para muestras desconocidas usar por lo menos tres diluciones por duplicado
- b Preparar la dilución en un cilindro graduado de un litro
- c Pasar la mezcla del cilindro a tres botellas de 300.0 mL c/u
- d Determinar la concentración de O₂ de una de la botellas por el método de Winkler
- e Incubar las otras dos botellas a 20 °C en la oscuridad. Sellar con agua las tapas de las botellas
- f Después de cinco días de incubación, determinar el Oxígeno Disuelto

2. Técnica de dilución directa

- a Hacer la dilución directa en una botella de 300 mL, o de volumen conocido
- b Seguir el proceso como el 1 d, e y f

3. Técnica de dilución en cilindros y con inóculo

- a Muchos desechos son estériles (sin bacteria) debido a una cloración, efectos de tóxicos, calor, pH desfavorable, u otro factor. En estos casos es necesario corregir la causa de la condición estéril, (ejemplo el ajuste del pH) Y después inocular el agua con microorganismos. Generalmente se obtienen los microorganismos de aguas residuales domésticas guardadas a 20°C durante 24 a 36 horas. La concentración normal del inóculo es de 1.0 a 2.0 mL por litro de agua de dilución
- b Determine mediante ensayos la cantidad necesaria de inóculo
- c Estimar la concentración de la muestra deseada de acuerdo con 1. y 2.

- d Agregar aproximadamente la mitad del agua de dilución necesaria, para asegurar la ausencia de toxicidad en los organismos del inóculo
- e Medir la cantidad de inóculo y agréguela al cilindro Llenar el cilindro con agua de dilución
- f Proceder igual que las reacciones 1 d, e y f

4. Cálculo Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO)

- a Sin inoculación

$$\text{DBO en mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

- b Con inoculación

$$\text{DBO en mg/L} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) f}{P}$$

- c Incluyendo demanda de Oxígeno Disuelto inmediato (DODI)

$$\text{DBO en mg/L} = \frac{D_c - D_2}{P}$$

- d Demanda de Oxígeno Disuelto inmediato (DODI)

Donde

D_o = OD del agua de dilución

D_1 = OD de la muestra diluida 15 minutos después de la preparación

D_2 = OD de la muestra diluida después de incubar

S = OD de la muestra original sin diluir

p = fracción decimal de agua de dilución empleada

D_c = OD en muestra diluida a tiempo cero

$$= D_{op} + SP$$

B_1 = OD de dilución de inóculo (control antes de incubar)

B_2 = OD de dilución de inóculo (control) después de incubar

f = razón de inóculo en muestra e inóculo en control

$$f = \frac{\% \text{ inóculo en } D_1}{\% \text{ inóculo en } B_1}$$

corrección del inóculo $(B_1 - B_2) f$

3.2.1 Efecto de algunas variables en el ensayo de DBO

A Tiempo

- 1 La ecuación básica de la DBO,

$$Y_t = (1 - 10^{-K_1 t})$$

incluye el tiempo como variable
La constante K_1 indica que una cantidad específica de oxígeno será consumida cada intervalo

B. Temperatura

- 1 Para el efecto de tasa de oxidación la corrección de temperatura es dada por

$$\frac{K_1}{K_2} = \theta (T_1 - T_2)$$

Donde

K_1 = constante a temperatura T_1

K_2 = constante a temperatura T_2

θ = coeficiente de temperatura, Streeter y Phelps encontraron el valor de $\theta = 1.047$ para el rango de temperatura entre 15-30°C

para un valor de $\theta = 1.047$, $K = 0.04$ a 0°C, $K = 0.10$ a 20°C

C. pH

- 1 Normalmente, un rango de pH entre 6.5 y 8.3 es aceptable
- 2 Si el pH es mayor que 8.3 o menor que 6.5, se recomienda un ajuste del pH a 7.2
- 3 El agua de dilución es amortiguada a pH 7.2

D. Nutrientes esenciales

La diferencia de minerales, nitrógeno y fósforo en aguas industriales, son causa común de valores bajos de la DBO

E. Población microbiológica

Los microorganismos pueden demorar en adaptarse a nuevas condiciones ambientales

F. Toxicidad

Se puede determinar la presencia de toxicidad por medio de diluciones, puesto que el efecto del tóxico disminuye o desaparece a medida que disminuye la concentración del desecho como se indica en el cuadro siguiente

| Concentración de desecho % | Consumo de O ₂ mg/L | DBO ₅ mg/L |
|----------------------------|-----------------------------------|--------------------------|
| 10 | 3.51 | 35 |
| 5 | 4.53 | 91 |
| 2 | 2.80 | 140 |
| 1 | 1.52 | 152 |
| 0.5 | 0.74 | 148 |

G. Nitrificación

El grado de nitrificación puede determinarse solamente por medio de un análisis periódico de amoníaco, nitrógeno- orgánico, nitrito y nitrato. La conversión de amoníaco y nitrógeno orgánico a nitrógeno oxidado (nitrito y nitrato) es un indicador de nitrificación

H. Efecto de dilución

Los valores de DBO varían según la dilución

Por lo tanto, se obtiene solamente un valor aproximado de DBO

| CONCENTRACION DE LA MUESTRA | O D | CONSUMO DE OXIGENO mg/L | DBO mg/L |
|-----------------------------|-----|-------------------------|----------|
| Inicial | 8 2 | - | - |
| Final 1% | 5 5 | 2 7 | 270 |
| 2% | 3 3 | 4 9 | 245 |
| 4% | 0.0 | COMPLETO | - |

3.2.2 Bases matemáticas de la DBO

Teóricamente, el tiempo requerido para completar la biooxidación de la materia orgánica es infinitamente largo. Por lo tanto, la tasa de cambio con el tiempo de concentración de la materia orgánica dL/dt depende de la cantidad de material biodegradable "L" que existen en un momento dado

Esta relación suele ser representada matemáticamente así

$$\frac{dL}{dt} = -KL \quad (1)$$

$$\frac{dL}{L} = -K dt$$

donde

K = coeficiente

L = concentración (por satisfacer) de la DBO en mg/L

Integrando la expresión anterior

$$\ln \frac{L_t}{L} = -Kt \quad (2)$$

En término de logaritmos comunes

$$\frac{\log L_t}{L} = -Kt \quad \frac{L_t}{L} = 10^{-kt} \quad (3)$$

Generalmente se usa K mayúscula cuando se trabaja con logaritmos y k minúscula cuando la expresión se presenta en logaritmos comunes. La fracción de DBO, por lo tanto, queda L_t/L ó 10^{-kt} y la parte oxidada es

$$1 - \frac{L_t}{L} = 1 - 10^{-kt} \quad (4)$$

Multiplicando ambos lados de la expresión por L

$$L - L_t = L (1 - 10^{-kt}) \quad (5)$$

en la cual $L - L_t$ es la cantidad de material biodegradable oxidada en el tiempo t

Usualmente la ecuación se escribe así

$$Y = L (1 - 10^{-k_1 t})$$

En donde

$Y = L - L_t$ es la DBO, satisfecha en el tiempo t tal como se mide en el laboratorio (mg/L)

L = demanda total (última) que corresponde a la oxidación completa de materia biodegradable

t = intervalo de tiempo a partir del comienzo del ensayo (días)

K_1 = constante de la reacción o de desoxigenación (días⁻¹)

DEMANDA BIOQUÍMICA DE OXÍGENO (DBO)

Es una prueba para determinar los requerimientos de oxígeno para una población microbiana heterogénea y en donde se establece la materia orgánica biodegradable presente en un agua residual, efluentes y aguas poluidas

La DBO representa una medida indirecta de la concentración de materia orgánica e inorgánica degradable o transformable biológicamente. Esta determinación tiene mayor aplicación en la medición de la carga orgánica de aguas residuales y en la evaluación de la eficiencia del tratamiento de aguas residuales, puesto que las aguas residuales domésticas consisten principalmente de excretas orgánicas

El ensayo de DBO consiste en determinar el Oxígeno Disuelto antes y después de un período de incubación

La reacción se considera completa en 20 días, sin embargo se ha encontrado que un porcentaje razonable alto de la DBO total se ejerce en 5 días, por ello la prueba ha sido desarrollada en un período de incubación de cinco días a 20°C

Almacenamiento y preservación

Para producir el cambio de DBO que ocurre entre el muestreo y la prueba, se deben mantener todas las muestras a menos de 4°C y empezar la incubación no más de seis horas después que la muestra ha sido colectada

Aparatos

Bomba compresora.

Botellas de incubación de DBO de 300 mL de capacidad con tapa de vidrio y boca especial para sello de agua para prevenir la entrada de aire durante la incubación

Incubadora a 20°C ± 1 que excluya la luz para prevenir crecimiento de algas

Botella de 20 litros de capacidad para el agua de dilución

Material necesario para determinación de OD

Cistalería para los reactivos

Reactivos

a. Agua destilada

No debe contener más de 0.01 mg/L de cobre y debe estar libre de cloro, cloraminas,

Alcalinidad cáustica, material orgánico o ácidos

b. Solución amortiguadora

Se disuelve 8.5 g de fosfato monopotásico, KH_2PO_4 , 21.75 g de fosfato dipotásico, K_2HPO_4 , 72.2 g de fosfato disódico dihidratado, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ y 1.7 g de cloruro de amonio, NH_4Cl en 500.0 mL de agua destilada, se diluye a un litro. El pH de esta solución debe ser 7.2 sin ajuste adicional.

c. Solución de sulfato de magnesio

Se disuelve 22.5 g de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en un litro de agua destilada.

e. Solución de cloruro de calcio

Se disuelve 27.5 g de CaCl_2 anhidrido en agua destilada y se diluye a un litro.

f. Solución de cloruro férrico

Se disuelve 0.25 g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y se diluye a un litro.

g. Soluciones ácida y alcalina

1N para neutralización de la basicidad y acidez de las muestras residuales.

h. Solución de sulfito de sodio 0.025N

Se disuelve 1.575 g de Na_2SO_3 anhidro en 1,000.0 mL de agua destilada. Se prepara esta solución diariamente.

i. Semilla

El propósito de la semilla es introducir dentro de la muestra una población biológicamente capaz de oxidar la materia en el agua residual.

Donde están presentes tales organismos como es en las aguas residuales domésticas o efluentes no clorados y aguas superficiales, la semilla es innecesaria.

Procedimiento

- 1 Agua de dilución. Se almacena el agua destilada en una botella grande que tenga una *entrada de aire de una fuente de aire comprimido para mantener el agua saturada de OD*. La temperatura de esta agua debe ser de $20^\circ\text{C} \pm 1$. Se une el volumen de agua destilada deseada en una botella adecuada y se adiciona 1.0 mL de cada una de las siguientes soluciones: a) solución amortiguadora, b) solución de sulfato de magnesio, c) cloruro férrico, y d) cloruro de calcio.
 - 2 No es necesario semilla en las aguas residuales domésticas.
 - 3 Pre-tratamiento. Según el pH de las muestras, se neutraliza aproximadamente a 7 con H_2SO_4 1N ó NaOH 1N. Las muestras que tienen cloro residual se deben dejar en reposo por una o dos horas para que este elemento se disipe.
 - 4 Las muestras con bajo DBO y DQO pueden incrementar el valor inicial de OD o más que el requerido por la DBO, haciendo burbujear aire a través de un tubo de difusión dentro de la muestra por 5 minutos por hasta que el OD sea de por lo menos 7.0 mg/L.
- Las muestras que contienen más de 9.0 mg/L de OD a 20°C pueden ser encontradas en el verano o en donde hay una activa reproducción de algas.

Para prevenir la pérdida de OD durante la inoculación, se reduce el OD a saturación llevando la muestra a 20°C y llenando una botella parcialmente con agitación vigorosa o por aeración con aire de una compresora.

5 Técnica de dilución

Para obtener los consumos de OD requeridos, se sugieren las siguientes diluciones

| | | |
|-----|---|------|
| 0.1 | - | 1.0% |
| 1 | - | 5% |
| 5 | - | 25% |
| 25 | - | 100% |

Se pueden hacer estas diluciones en las mismas botellas de DBO, usando las cantidades adecuadas de la muestra, mediante pipetas volumétricas y agua de dilución, tomando siempre la botella de la misma dilución por duplicado, una para la incubación y otra para la determinación inicial de OD. El llenado debe ser suficiente para cerrar y no permitir la entrada de burbujas de aire. Se cierra herméticamente usando sello de agua y tapas especiales para evitar la evaporación del agua del sellado y se incuba esta muestra por cinco días a 20°C.

Se hacen diluciones mayores que 1.0 mL a 100.0 mL mediante dilución de las aguas residuales en frascos volumétricos antes de adicionarlos a las botellas de DBO para su dilución final.

6 Determinación de OD

Si la muestra representa 1% o más de la más baja dilución de DBO, se determina en OD en la muestra sin diluir. Esta determinación se suele omitir en aguas residuales cuyo contenido de OD es normalmente cero. Con muestras que tienen una demanda inmediata de oxígeno se determinan el OD inicial, efectuando la medida en un tiempo tal que represente el vertimiento de las aguas residuales en un cuerpo receptor.

7 Incubación

Se incuba el agua de dilución del testigo y las muestras diluidas por cinco días en un cuarto oscuro a 20°C. Luego se determina el OD en las muestras incubadas y el testigo usando el método Winkler, modificación de azida o electrodo para medición de OD. Las diluciones que muestran un OD residual de menos de 1.0 mg/L y deflexión de menos de 2.0 mg/L no son dignas de confianza.

8 Control de agua de dilución

Se llena dos botellas de DBO con agua de dilución. Se tapa y sella con agua uno de estos para incubación.

Se determina el OD antes de la incubación en otra botella. Se usa los resultados de OD en estas dos botellas como un chequeo preliminar en la calidad del agua de dilución (sin inóculo). No se debe usar la deflexión obtenida como testigo de corrección; esto no debe ser más de 0.2 mg/L y preferiblemente no más que 0.1 mg/L.

Cálculos

$$\text{DBO en mg/L} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

Donde

- D_0 = OD del agua de dilución original
 D_1 = OD de la muestra diluida 15 minutos después de la preparación
 D_2 = OD de la muestra diluida después de la incubación
 S = OD de la muestra original no diluida
 D_c = $D_{op} + SP$
 p = fracción decimal del agua de dilución usada.
 P = fracción decimal de la muestra usada

La fórmula ha sido considerada para una prueba que no necesita semilla. Si el agua de dilución no es satisfactoria es difícil hacer las correcciones y los resultados son cuestionables.

3.3 Demanda Química de Oxígeno (DQO) (5)

La Demanda Química de Oxígeno es un ensayo que mide el equivalente en oxígeno de la fracción de materia orgánica presente en la muestra, que es susceptible de oxidación en medio ácido por parte del dicromato de potasio.

Este parámetro es importante en estudios de corrientes de agua y aguas residuales, así como en el control de plantas de tratamiento de aguas residuales.

Se debe usar la misma técnica todas las veces que se efectúe la determinación de DQO debido a que en la prueba sólo se incluye la materia orgánica que es atacada por el oxidante químico empleado.

Método de dicromato

La materia orgánica generalmente se destruye mediante ebullición con una mezcla de ácido crómico y sulfúrico. En una muestra sometida a reflujo con cantidades conocidas de dicromato de potasio y ácido sulfúrico, el exceso de dicromato se titula con sulfato amónico ferroso y la cantidad de materia orgánica oxidable medida como equivalente de oxígeno es proporcional al dicromato de potasio consumido.

Interferencias

Si están presentes en un grado apreciable interfieren en la prueba de cadenas normales de compuestos alifáticos, hidrocarburo aromático y piridina pero el método da un valor más cercano al de una oxidación completa que el método de permanganato. Los compuestos de cadena normal se oxidan más efectivamente cuando se adiciona sulfato de plata como catalizador aún cuando el sulfato de plata reacciona con los cloruros, bromuros y yoduro para producir precipitados que se oxidan sólo parcialmente en el procedimiento.

Para la oxidación de hidrocarburos aromáticos no es una ventaja el uso de catalizadores, pero es esencial para la oxidación de cadenas lineales de alcoholes y aminoácidos.

Los nitritos interfieren a DQO de 1.1 mgO₂/mg NO₂, rara vez exceden de 1.0 ó 2.0 mg/L, la interferencia puede ser eliminada adicionando 10.0 mg de ácido sulfámico/mg de nitrito -N en el frasco de reflujo, esta adición debe ser considerada en el testigo de agua destilada.

Con la solución concentrada de dicromato se puede determinar valores con DQO de 50 mg/L o más, y con la solución diluida de dicromato se determinan los valores menores de 10 mg/L

Muestreo y almacenamiento

Primero se debe homogenizar las muestras que contienen sólidos sedimentables en una licuadora para obtener una muestra representativa. Se preserva la muestra con ácido sulfúrico. Se hacen las diluciones iniciales en un frasco volumétrico para aguas residuales que tiene un alto contenido de DQO, para reducir el error de la medida de pequeños volúmenes.

Aparatos

Equipo de reflujo que consta de frascos de 500 mL ó 2500 mL con cuello esmerilado 24/40 y condensadores de tipo Liebig, West o equivalente de chaqueta de 300 mm con cuello esmerilado 24/40

Cocina que produzca por lo menos 1.4 W/cm^2 (9 W/in^2) de superficie de calentamiento o equivalente para asegurar una ebullición adecuada en el frasco de reflujo

Reactivos

- a Solución estandar de dicromato de potasio, 0.250 N
Se disuelve 12.259 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, patrón primario, previamente secado a 103°C durante dos horas, en aguas destiladas y se diluye a 100.0 mL en un frasco volumétrico
- b Reactivo de ácido sulfúrico, Ag_2SO_4
Se disuelve 22.5 g de sulfato de plata (Ag_2SO_4) en 2.50 litros de ácido sulfúrico. Para su completa disolución se requiere dos días
- c Titulante de sulfato de amónico ferroso, 0.1 N
Se disuelve 39 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Se adiciona 20.0 mL de H_2SO_4 conc. Se enfría y diluye a 1000.0 mL. Se estandariza esta solución diariamente contra una solución estándar de dicromato de potasio
- d Estandarización
Se diluye 10.0 mL de solución estándar de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ a cerca de 100.0 mL. Se adiciona 30.0 mL de H_2SO_4 concentrado y se enfría. Se titula con la solución de sulfato de amónico ferroso, usando de 2 a 3 gotas (0.10 a 0.15 mL) del indicador ferroína.

$$\text{Normalidad} = \frac{\text{mL } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \times 0.25}{\text{mL } \text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2}$$

- e Solución Indicadora de ferroína
Se disuelve 1.485 g de 1.10 fenantrolina monohidratada, junto con 695.0 mg $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua y se diluye a 100.0 mL
- f Sulfato de mercurio, HgSO_4 en cristales
- g Acido sulfámico
Se requiere sólo si se va a eliminar interferencias por nitritos

Procedimiento

Tratamiento de muestras con valores de DQO sobre los 50 0 mg/L

- 1 Poner 20 0 mL de muestra o una alícuota menor diluida a 20 0 mL en un frasco de reflujo de 250 0 mL
- 2 Adicionar 0 2 g HgSO₄, varias perlas de vidrio y 5 0 mL de reactivo H₂SO₄
- 3 Adicionar el reactivo H₂SO₄ muy lentamente para disolver el HgSO₄. Se enfría mientras se produce la mezcla para evitar pérdidas de materiales volátiles presentes en la muestra
- 4 Adicionar 10 0 mL de la solución de K₂Cr₂O₇ 0 250 N y se mezcla
- 5 Adicionar el ácido remanente 25 0 mL, se continúa removiendo la mezcla mientras se adiciona el ácido
- 6 Colocar el condensador y se asegura de que la mezcla ha sido completa antes de aplicarle calor, alternativamente se usa volúmenes de muestra entre 10 0 mL y 50 0 mL y los volúmenes, pesos y normalidades de los reactivos se ajustan convenientemente

Cantidades de reactivo y las normalidades para diferentes cantidades de muestra

| Tamaño de la muestra mL | Soluciones estándar 0 25 N de dicromato mL | H ₂ so ₄ con Ag ₂ so ₄ mL | Hgso ₄ g ^o | Normalidad de Fe (NH ₄) ₂ (SO ₄) ₂ | Volumen final antes de la titulación |
|-------------------------|--|---|----------------------------------|--|--------------------------------------|
| 10 0 | 5 0 | 15 | 0 2 | 0 05 | 70 |
| 20 0 | 10 0 | 30 | 0 4 | 0 10 | 140 |
| 30 0 | 15 0 | 45 | 0 6 | 0 15 | 210 |
| 40 0 | 20 0 | 60 | 0 8 | 0 20 | 280 |
| 50 0 | 25 0 | 75 | 1 0 | 0 25 | 350 |

Para completar 100 0 mg de cloruro (2,000 0 mg/L) se usa 1 0 g de HgSO₄ con 50 0 mL de muestra. Para volúmenes más pequeños y de acuerdo a la concentración de cloruros se usa menos HgSO₄, manteniendo una relación de 10 1 de HgSO₄. Como regla general la DQO en muestras que contiene más de 2,000 0 mg/L no pueden efectuarse con mucha precisión.

Para dar una máxima de DQO, la mezcla debe estar en reflujo durante dos horas. Para muestras específicas de aguas residuales pueden emplearse períodos más cortos.

Se cubre la parte abierta del condensador con un pequeño vaso para prevenir la contaminación. Se enfría y lava la base del condensador con agua destilada. Se diluye la mezcla con agua destilada doblando su volumen, se enfría a temperatura ambiente y se titula el exceso de dicromato con la solución de sulfato de amónico ferroso 0 1 N, usando dos a tres gotas de la solución indicadora de ferroína, cantidad que debe mantenerse constante. Se toma como punto final el viraje del color verde a rojo-marrón a azul-gris aún cuando el verde puede reaparecer dentro de algunos minutos.

De la misma manera, someter a reflujo el blanco de reactivo que consiste de agua destilada, en igual volumen que la muestra, con los reactivos usados con las muestras.

Determinación de soluciones con una DQO estándar

Se puede evaluar la técnica y calidad de los reactivos con una solución estándar de glucosa o ftalato de potasio. Para la glucosa el DQO teórico es de 1 0679 g/g y se prepara disolviendo 468 6 mg de glucosa en agua destilada y diluyendo a 1,000 0 mL para 500 0 mg/L DQO.

El ftalato de potasio tiene un valor teórico de DQO de 1 769 g/g y se prepara disolviendo 425 1 mg de ftalato de potasio en agua destilada y diluyendo a 1,000 0 mL para una solución que tenga 500 0 mg/L de DQO. Para la solución de ftalato de potasio, se espera tener una recuperación de 98 a 100%.

Cálculos

$$\text{DQO mg/L} = \frac{(a-b) N \times 8,000}{\text{mL de muestra}}$$

Donde

DQO = Demanda Química de Oxígeno

a = mL de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ usado para titular el blanco

b = mL de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$ usado para titular la muestra

N = normalidad de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2$

Método simplificado para la determinación de DQO

Reactivos

a Solución patrón de biftalato de potasio

Se pesa 06802 g de biftalato de potasio y se diluye a un litro con agua destilada

b Reactivo de digestión

Disolver 12 259 g de dicromato de potasio, 167 0 mL de ácido sulfúrico y 33 3 g de sulfato mercúrico en 500 0 mL de agua destilada y luego se diluye a un litro

c Se disuelve 22 g de sulfato de plata en 2 5 litros de ácido sulfúrico concentrado

Procedimiento

- 1 Poner 2 5 mL de la muestra en un tubo
- 2 Adicionar 1 5 mL de solución de digestión
- 3 Agregar 2 5 mL del ácido sulfúrico que contiene sulfato de plata
- 4 Colocar la tapa del tubo y se agita la solución para producir una buena mezcla
- 5 Colocar el tubo en un block de calentamiento a 150°C durante dos horas, enfriar y determinar el dicromato residual por titulación o colorimetría a 440 nm

6 Preparar los patrones para la curva de estandarización de la siguiente manera

| mL /100 mL | DQO mg/L |
|------------|----------|
| 5 | 40 |
| 10 | 80 |
| 20 | 160 |
| 30 | 180 |
| 40 | 240 |
| 50 | 300 |
| 60 | 360 |
| 70 | 420 |
| 80 | 480 |

Se prepara una curva de calibración unidades de absorbancia versus DQO

Cálculos

$$\text{DQO mg/L} = (\text{DQO}_M - \text{DQO}_B) \times f$$

f = factor de dilución

DQO_B = Demanda Química de Oxígeno del Blanco

DQO_M = Demanda Química de Oxígeno de la Muestra

3.3.1 Relación de la DQO con otros criterios de oxidación

| Prueba | Ensayo Temp. ° C | Tiempo de Reacción | Sistema de oxidación | Variaciones |
|--|------------------|--------------------|---|--|
| Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO) | 20 | Días | Producción biológica Oxidación enzimática | Compuesto, ambiente, biota, tiempo, números, aceptación metabólica, etc. |
| Demanda Química de Oxígeno (DQO) | 145 | 2 hr | 50% H ₂ SO ₄ K ₂ Cr ₂ O ₇ Pueden ser catalizados | Susceptibilidad de la muestra a la oxidación especificada |
| Demanda Inmediata de Oxígeno Disuelto (DIOD) | 20 | 15 min | Oxígeno disuelto | Incluye materiales rápidamente oxidados por acción directa ejemplo. Fe ⁺² |
| Carbón por método de Van Slyke | 400+ | 1 hr | H ₃ PO ₄ HIO ₃ H ₂ S ₂ O ₄ Anhidro H ₂ SO ₄ | Enfoque excelente para una oxidación teórica de muchos compuestos, pero no los de nitrógeno. |
| Carbón por combustión + IR | 800 | Segundos | Catalizado por oxígeno con aire | Comparable a lo teórico para carbón solamente. |
| Demanda de cloro | 20 | 20 min | Solución HOCL | Buena oxidación de NH ₃ Varía para otros compuestos. |

3.3.2. Ventajas y limitaciones del ensayo de DQO comparado con el DBO

1 Ventajas

- a El tiempo, manipuleo, y costo de equipo son menores en el ensayo de DQO
- b Las condiciones del ensayo de DQO pueden ser normalizadas con más facilidad para dar resultados precisos
- c El resultado de DQO más equivalente de oxígeno para amoníaco y nitrógeno orgánico es una buena estimación de la DBO final para muchas aguas residuales domésticas

2 Limitaciones

- a Ciertos compuestos no son oxidados bajo las condiciones químicas del ensayo, o bien se escapan como compuestos volátiles antes de ser oxidados. Ejemplo amoníaco, piridina, tolueno, hidrocarburos aromáticos y saturados
- b El empleo de dicromato en H_2SO_4 , 50% exige cuidado para evitar accidentes
- c La oxidación del ion cloruro a cloro puede afectar los resultados del DQO aunque no afecta la DBO

ANEXOS

ANEXO 1
FORMULARIOS DE
REGISTROS PARA
TRABAJOS EN EL
LABORATORIO

**MANUAL DE
CALIBRACION,
CONTROL,
MANTENIMIENTO
Y BUEN USO DE
EQUIPOS DE
LABORATORIO**

INDICE

| | PAG |
|---|-----|
| INTRODUCCIÓN | i |
| 1 MANTENIMIENTO DE LOS EQUIPOS DE LABORATORIO | 2 |
| 1 1 OBJETIVO | 2 |
| 1 2 MANTENIMIENTO PREVENTIVO | 2 |
| 1 3 MANTENIMIENTO CORRECTIVO | 2 |
| 1 4 VENTAJAS DEL PROGRAMA DE MANTENIMIENTO PREVENTIVO | 2 |
| 2 ESTRATEGIAS DE MANTENIMIENTO | 2 |
| 3 PROGRAMA DE MANTENIMIENTO | 3 |
| 3 1 REQUISITOS DE UN PROGRAMA DE MANTENIMIENTO | 3 |
| 3 1 1 INFRAESTRUCTURA | 3 |
| 3 1 2 RECURSOS HUMANOS | 3 |
| 3 1 3 HERRAMIENTAS Y EQUIPOS DE MANTENIMIENTO | 3 |
| 3 2 ETAPAS DEL PROGRAMA DE MANTENIMIENTO | 3 |
| 3 3 FRECUENCIA DEL MANTENIMIENTO | 4 |
| 3 4 TIPOS DE PROGRAMAS | 4 |
| 3 4 1 PROGRAMA MANUAL | 4 |
| 4 CALIBRACIÓN DE EQUIPOS | 5 |
| 4 1 ESTUFAS | 5 |
| 4 2 MUFLAS | 7 |
| 4 3 INCUBADORAS | 9 |
| 4 4 FUENTES DE PODER | 11 |
| 4 5 INSTRUMENTOS PARA MEDIR LA TEMPERATURA | 13 |
| 4 6 BALANZAS ANALÍTICAS Y DE PRESICIÓN | 15 |
| 4 7 CRISTALERÍA DE USO ANALÍTICO | 18 |
| 4 8 MEDIDORES DE pH | 21 |
| 4 9 MEDIDORES DE OXÍGENO DISUELTO | 25 |
| ANEXOS | |

INTRODUCCION

El control de calidad de un laboratorio implica un conjunto de medidas que garanticen la obtención de resultados confiables, tomando en cuenta los elementos que posibilitan la optimización del trabajo

Este manual se ha preparado con la finalidad de orientar a los analistas en la calibración, control, mantenimiento y buen uso de los equipos o instrumentos que comúnmente utilizan los laboratorios en los parámetros que se han seleccionado. De esta manera, se espera reducir el índice de errores ocasionados por el mal funcionamiento del equipo

Un programa de calibración y mantenimiento debe contribuir a mejorar la eficiencia del funcionamiento, vida útil y disminución del costo de reparación, parámetros que influyen sobre la confiabilidad de los reportes del laboratorio

De acuerdo a la complejidad de los equipos, el mantenimiento debe delegarse al personal técnico capacitado y la responsabilidad del asistente del laboratorio será de control y verificación del trabajo efectuado

1. MANTENIMIENTO DE LOS EQUIPOS DE LABORATORIO

1.1 Objetivo

El objetivo técnico es tratar de conservar en condiciones el funcionamiento seguro y eficiente de todos los equipos que se operan en el laboratorio

Para cumplir este objetivo, el personal de mantenimiento debe tener en cuenta tanto el aspecto humano como el técnico. Los equipos e instalaciones bien mantenidos, evitarán accidentes y pérdidas económicas en el laboratorio

1.2 Mantenimiento preventivo

Son las actividades que se llevan a cabo para que el equipo o instrumento opere a su máxima eficiencia evitando que se produzcan paradas forzadas o imprevistas, dicho mantenimiento requiere de un alto grado de conocimiento y una organización eficiente. Consiste en elaborar un plan de inspección para los distintos equipos, a través de una buena planificación, programación, control, ejecución de actividades para prevenir y corregir deficiencias menores que puedan causar daños más graves

1.3 Mantenimiento correctivo

Es el conjunto de actividades que se llevan a cabo cuando un equipo o instrumento ha tenido una parada forzada o imprevista

1.4 Ventajas del programa de mantenimiento preventivo

Reducción del tiempo que permanecen los equipos sin funcionar debido a desperfectos
 Disminución del costo del personal de mantenimiento
 Menor gasto en los repuestos de equipo
 Mejor control de la existencia y distribución de equipos
 Mayor eficiencia en el funcionamiento de las instalaciones y equipos
 Incremento de la vida útil de los equipos e instrumentos

2. ESTRATEGIAS DE MANTENIMIENTO

Para llevar a cabo tanto el mantenimiento preventivo como el correctivo, se consideran cinco situaciones diferentes

- a. **Mantenimiento programado** Se realiza a intervalos regulares o cuando los equipos dejan de operar. Involucra una planificación de cambios de repuestos y su personal necesario
- b. **Mantenimiento predictivo** Las fallas se detectan por el monitoreo de las condiciones de operación, siguiendo un calendario y no requiere poner fuera de operación a los equipos
- c. **Operar hasta la falla** Aquí se espera el momento de la falla o avería, contándose con el personal, las herramientas y los repuestos necesarios para atender la emergencia en el menor tiempo posible
- d. **Mantenimiento de oportunidad** Se hace uso de los tiempos de parada de los equipos en el trabajo del laboratorio
- e. **Cambio por obsolescencia** Esta es la mejor alternativa cuando las fallas son demasiado frecuentes y la reparación o los repuestos son muy costosos

3. PROGRAMA DE MANTENIMIENTO

Los programas de mantenimiento de los equipos del laboratorio tienen como objetivo principal el lograr que sus unidades componentes trabajen en forma normal durante el período de su vida útil

3.1 Requisitos de un programa de mantenimiento, para que sea eficaz y oportuno

3.1.1 Infraestructura

El laboratorio de aguas, debe contar con un ambiente físico apropiado y un pequeño taller donde se ubican los equipos o instrumentos a ser revisados. Este lugar debe tener una línea de tensión estabilizada para evitar sobrecargas y variaciones bruscas de tensión que puedan afectar los equipos. Es indispensable una línea de tierra para seguridad del personal.

3.1.2 Recursos humanos

El mantenimiento del laboratorio tendrá que estar a cargo de un asistente de mantenimiento, actualizado en los temas de su competencia y que cumpla con los siguientes requisitos:

Habilidad para operar los equipos

Conocimiento de los principios de su funcionamiento

Conocimiento de electricidad, electrónica y mecánica

Conocimiento de inglés técnico

3.1.3 Herramientas y equipos de mantenimiento

Se cuenta con herramientas auxiliares y equipos de medición que ayudan al desmontaje, montaje de los equipos, ajuste de piezas sueltas, cambios de repuestos y calibración.

3.2 Etapas del programa de mantenimiento

Se pueden distinguir cinco etapas:

- 1. Confección de historiales:** Es la herramienta más importante con la que cuenta el jefe de mantenimiento – Hay tres actividades en esta labor:

Inventario técnico: Se inicia con un registro de todos los equipos existentes en el laboratorio, codificándolos y usando la “ficha técnica” y el registro periódico.

Normas de mantenimiento: Estas deben incluir las clases de equipos, recomendaciones del fabricante o distribuidor, y operaciones de mantenimiento.

Análisis de tendencias: Los cambios que ocurren en un equipo se pueden evaluar y registrar por la tendencia de ciertas fallas o averías.

- 2. Diseño:** Se diseña un programa de mantenimiento que incluye actividades para adquirir los recursos.
- 3. Ejecución:** Con este objeto se imparten “ordenes de trabajo”, los cuales deben ser explícitos y claros.
- 4. Supervisión:** El oficial del laboratorio debe revisar

Correspondencia entre las órdenes de trabajo y los informes

Informes de labores Presentados por el asistente de mantenimiento, debe haber Reportes de operación de los equipos de laboratorio Para evaluar los resultados de la aplicación del plan de mantenimiento

5 Evaluación: Permite La retroalimentación para corregir cualquier deficiencia que se presente en la aplicación del programa

3.3 Frecuencia del mantenimiento

Se consideran tres frecuencias de revisión

Frecuencia intensiva (inspección mensual)

Frecuencia intermitente (inspección trimestral)

Frecuencia baja (inspección anual)

De acuerdo con los siguientes criterios

1) Número de horas de funcionamiento

Hay equipos que trabajan 24 horas todos los días, totalizando 156 horas a la semana (incubadoras, refrigeradoras), luego aquellos que trabajan 8 horas por día durante 5 días a la semana (destiladores, estufas), totalizando 40 horas, aquellos que trabajan 24 horas por ciclos de tres días (incubadoras de aire), etc una mayor cantidad de horas de trabajo requiere una frecuencia de mantenimiento más intensiva y a menor número de horas, le corresponde una frecuencia menor de mantenimiento

2) Ambiente de trabajo

La frecuencia baja o intensiva depende del ambiente del equipo, por ejemplo no es igual si un equipo trabaja con aire acondicionado a el que trabaja bajo condiciones adversas

3) Precisión de equipo

Se debe tener un control continuo, si se requiere precisión en las mediciones que reportan los equipos

4) Riesgos.

Si el manipuleo del equipo significa un riesgo para el analista, se intensificará la frecuencia del mantenimiento

3.4 Tipos de programas

3.4.1 Programa manual

Consta de un cronograma de trabajo con planillas de registro o formularios para cada equipo que contienen la información referente a las características del mismo, frecuencia de mantenimiento, repuestos necesarios, etc

4 CALIBRACION DE EQUIPOS

4.1 Estufas

Las estufas son equipos de laboratorio que proveen temperatura uniforme a través de una cámara calorífica sobre un rango de temperatura de 36 a 200 ° C y se utilizan para

Esterilización de material de vidrio

Secado de las sustancias químicas para la preparación de soluciones estándar

Análisis gravimétricos específicos, como sólidos totales, etc

Las estufas comercialmente disponibles son de dos tipos

De convección por gravedad, donde la transferencia de calor de un elemento emisor se realiza a través del aire que se moviliza por gravedad

De convección mecánica, el aire es forzado a circular debido a la acción mecánica de un ventilador

Principio de funcionamiento

El aire que ingresa a la cámara es precalentado previamente por una resistencia eléctrica y luego se introduce por las ranuras laterales donde se mezcla con el aire en circulación. El aire es evacuado del interior a través del ducto de ventilación en la parte superior de la estufa. El control de temperatura se realiza mediante un termostato que trabaja por el sistema de dilatación longitudinal de un bimetálico con diferentes coeficientes de dilatación conectado en forma directa.

Partes de una estufa

Entrada de aire, puede ser regulada o no

Cámara de aislamiento. Generalmente con una caja de dos pulgadas de espesor, con lana de vidrio como material de aislamiento térmico para evitar las variaciones de temperatura.

Salida de aire, que puede ser regulada para aplicación de secado o esterilización.

Circuito eléctrico constituido por

Una o más resistencias eléctricas distribuidas en la base de la estufa y en las partes laterales.

Un termostato como regulador de la temperatura.

Un indicador piloto que puede ser una lámpara o un diodo emisor de luz con un indicador de tiempo.

Un sistema de protección o fusible para evitar sobrecargas.

Accesorios

Timer o temporizador. Un interruptor de tiempo para el apagado automático de estufa.

Regulador de seguridad. Cuando la estufa trabaja sin personal de supervisión o con materiales inflamables se pueden fijar un rango de temperatura.

Control de temperatura de lectura directa.

Circulación de aire

Para aplicaciones de secado el sistema de circulación de aire debe estar abierto para permitir que la humedad escape.

Para aplicaciones de esterilización el sistema de circulación debe estar cerrado.

Curva de operación

La curva de operación de las estufas se divide en 3 partes

Calentamiento (al encenderse los elementos resistivos)

Estabilización. Una vez llegada a la temperatura deseada, la estufa mantiene una temperatura uniforme Se consideran dos tipos de estabilidad

- a **Estabilidad de período corto.** Es el promedio de las variaciones de temperatura pico sobre un período de 10 minutos
- b **Estabilidad de período prolongado.** Es el cambio máximo en el promedio de temperatura durante un período de dos horas

Enfriamiento. Comienza una vez que se ha desconectado la corriente

a. Especificaciones

- 1 Rango de temperatura 30 a 260 °C
- 2 Sensibilidad ± 0.5 °C
- 3 Tiempo de calentamiento desde la temperatura ambiente a 100 °C en 20 minutos

b. Seguridad: precauciones en la operación

No operar la estufa al rango máximo de temperatura especificado

No colocar material en la base de la cámara que obstruya la entrada de aire

Usos

Esterilización de material de vidrio en bacteriología

Secado de sustancias químicas para la preparación de soluciones estándar Generalmente de 100 a 130 °C por dos horas

Determinación de sólidos disueltos totales (se hacen a 103 – 105 °C o 180 \pm 2 °C)

Secado de material de vidrio a 110 – 130 °C por dos horas

c. Operación.

- 1 Antes de encender la estufa verifique la cámara interior y observe el material que se encuentra dentro
- 2 Ponga en posición "ENCENDIDO" (ON) el interruptor de encendido y se prenderá la luz del piloto de "CONTROL"
- 3 Mueva el control de temperatura "CONTROL" en sentido horario hasta la posición de temperatura deseada.
- 4 Deje que la cámara se caliente hasta una temperatura estable en el termostato, la cual estará estable cuando la luz del piloto del "CONTROL" sea uniforme
- 5 Para disminuir la temperatura de la estufa se debe mover el control de temperatura a la posición "CERO" La nueva temperatura se alcanza moviendo el "CONTROL" en sentido horario
- 6 Coloque el control de "LIMITE ALTO" (HI- LIMIT) (debe estar en su máximo en la posición horaria) rotar la perilla en sentido antihorario hasta que la luz del piloto roja este "ENCENDIDA" Eso indica que el termostato de "LIMITE ALTO" (HI – LIMIT) ha

tomado el control y la resistencia ha sido desconectada, luego mueva una división de la perilla en el sentido horario

d. Programa de mantenimiento

Las frecuencias del mantenimiento debe ser mensual, procediendo a verificar principalmente el estado de los termostatos y de la resistencias, de acuerdo a su programa de mantenimiento

e. Repuestos críticos

Lámpara piloto doble "CONTROL" y "SEGURIDAD" (SAFETY)

Sensor de temperatura RTD1

Resistencia HR1

Termostato de control S4A

Termostato de seguridad límite alto S2, S4B

f. Fallas comunes

| SINTOMA | CAUSA PROBABLE | ACCION |
|--|---|--|
| 1. No enciende el equipo. | Falta o poca energía | Medir voltaje |
| No enciende el piloto | Revisar la tensión de entrada Revisar la llave térmica y los fusibles | Medir el voltaje Reemplazar |
| Enciende el piloto | Verificar la resistencia | Medir continuidad |
| 2 Enciende el piloto No calienta la estufa | Verificar continuidad de la resistencia | Medir continuidad |
| 3 Enciende el equipo, calienta la resistencia pero no llega a la temperatura deseada | Verificar el aislamiento de la resistencia | Reemplazar |
| 4 Temperatura de la estufa variable | Verificar - Interruptor de línea - Termostato - Cables | Reemplazar Reemplazar Aislar |
| 5 Temperatura de la estufa sube sin control | Verificar - Termostato esta apagado - Resistencia esta en cortocircuito | Reemplazar Liberar el cortocircuito |

4.2 Muflas

Las muflas son cámaras calientes y Térmicamente aisladas, para regular la temperatura se requieren controles manuales o automáticos La selección de una buena mufla deberá incluir el tiempo de vida, la uniformidad y respuesta de la temperatura en la cámara

Elementos de Calentamiento

Son la parte más importante de una mufla y constituyen los tres factores más importantes larga vida, formidad y respuesta Para estos elementos se usan dos aleaciones básicas níquel /cromo para hornos de temperatura estándar hierro / cromo / aluminio para altas temperaturas

La durabilidad de los elementos depende de su diseño y capacidad (watts) La vida de los alambres decrece 50% por cada 50°C de elevación en la temperatura sobre 954°C

Aislamiento para disminuir las pérdidas de calor

Las cámaras de las muflas están rodeadas por un material aislante de dos tipos, el tabique refractorio y una capa de material térmico

Ultimamente se usará el inso-Ligth con relación al ladrillo refractorio reduce el tiempo de calentamiento aproximadamente en 18%, disminuye el consumo eléctrico para obtener y mantener las temperaturas de operación en aproximadamente 20 reduciendo el peso del horno aproximadamente 20%

Control manual de temperatura

Regula una cantidad fija de energía que entra en la cámara de la mufla Cuando las pérdidas de energía son iguales a la energía fija suministrada, la temperatura deja de elevarse y se estabiliza a un valor constante Este puede mejorarse, colocando un control en la temperatura deseada

Control automático

Las muflas con controles automáticos regulan la temperatura con la entrada total de energía hasta que se logra la temperatura deseada, esta energía es necesaria hasta que una señal del termopar al control, corte la energía

a Especificaciones

Capacidad Dependiendo de las muestras a tratar puede variar de 0.05 hasta 1.26 pies cúbicos

Rango de temperatura 300 a 1500°C

Uniformidad promedio de temperatura $\pm 10^\circ\text{C}$

Repetibilidad en un punto $\pm 1^\circ\text{C}$

Requerimiento eléctrico 220 v

b. Seguridad

Usar llaves generales de tipo térmico para la alimentación de las muflas

Usar guantes protectores, pinzas y caretas

Proceder siempre como si la mufla estuviera caliente

c. Operación

- 1 Abra la mufla y deje el material a calcinar
- 2 Encienda la llave general que da tensión a la mufla
- 3 Mueva el interruptor de encendido del control a "ENCENDIDO" (ON) y el control de la temperatura a ALTA (HIGH)
- 4 Controle la temperatura hasta el valor deseado en la pantalla indicadora con posiciones del control en 4, 5, ó 6
- 5 Teniendo la temperatura deseada, mueva el control de temperatura a 10Watts para que se mantenga en ese punto

- 6 Finalizado el tiempo de calcinación, mueva el control en sentido antihorario hasta la posición "APAGADO" (OFF)
- 7 Para abrir la mufla, espere hasta que la aguja indicadora esté en la posición de temperatura ambiente o menor

d. Controles o programa de mantenimiento

La mufla es utilizada en forma intermitente en el laboratorio, dependiendo de la carga de trabajo. El mantenimiento debe tomar atención del estado de los elementos resistivos y revisar sus bornes y terminales.

e. Repuestos críticos

Resistencias o calefactores

Termocupla

Terminales

f. Fallas comunes

| SINTOMAS | CAUSA PROBABLE | ACCION |
|--|---|---|
| 1. No enciende el equipo. | Falta o poca energía | Medir voltaje |
| No enciende el piloto | Revisar la tensión de entrada Revisar la llave térmica y los fusibles abiertos | Medir voltaje Reemplazar |
| Enciende el piloto | Verificar las resistencias | Probar continuidad |
| 2. Enciende el equipo No calienta la resistencia No llega la temperatura deseada | Verificar resistencia Verificar los contactos Verificar resistencia | Medir continuidad Reemplazar Reemplazar |
| 3. Enciende el equipo, calienta la resistencia pero no sube la aguja indicadora | Revisar el termopar | Reemplazar |

4.3 Incubadoras

Son equipos que mantienen una temperatura entre 20°C y 60°C con una variación de $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$

Existen tres tipos de incubadoras

Incubadora de aire

Las incubadoras deben mantener una temperatura uniforme de $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ y trabajar a 30° , 35° , y 37°C

La mayoría de estas incubadoras están aisladas con más o menos tres pulgadas de lana de vidrio y controladas por un termostato y con resistencias eléctricas de baja potencia.

Es importante localizar las incubadoras en ambientes con aire acondicionado donde la temperatura fluctúe entre $18-27^{\circ}\text{C}$

Un tipo especial de incubadora de aire es la incubadora de demanda bioquímica de oxígeno que requiere una temperatura de $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. Normalmente tienen un sistema dual y mezcla de refrigeradora e incubadora y su rango de trabajo es entre -10°C a $+50^{\circ}\text{C}$.

Incubadoras de agua recirculante

Varios procedimientos para detectar bacterias requieren incubación en el rango de $41.5-44.5^{\circ}\text{C}$. Se necesita un control de temperatura preciso, pues temperaturas menores a las recomendadas permitirán el crecimiento de microorganismos no específicos.

Incubadoras de bloques

Son incubadoras en las cuales el elemento calefactor calienta un bloque de aluminio o metal con buena conducción térmica que dispone de espacios para poner placas o tubos.

a. Especificaciones

Incubadoras de aire

Estabilidad de temperatura $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$
 Humedad mínima 75-85%
 Amplio espacio para muestras

Incubadoras de agua recirculante

Estabilidad de temperatura $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$
 Amplio espacio para las muestras
 Termómetros con divisiones de 0.1°C

Incubadoras de bloque

Estabilidad de temperatura $\pm 0.2^{\circ}\text{C}$
 Bloques para diferentes tipos de tubos
 Termómetro con división de 0.1°C

b. Seguridad

Todas las incubadoras deben tener conexión a tierra
 Tener los cuidados pertinentes a todo equipo eléctrico y con manipulación de líquidos
 Proveer de una cubierta a todas las incubadoras de agua recirculante

c. Operación

Encienda la incubadora poniendo el interruptor en "ON"
 Permita un período de calentamiento hasta la temperatura deseada
 Si la incubadora tiene un control variable, verificar la temperatura deseada con el termómetro de control

d. Programa de mantenimiento

Las incubadoras están sujetas a un trabajo continuo durante 24 horas, en períodos prolongados, en el caso de las incubadoras de DBO se necesitará verificar el sistema de

congelamiento y efectuar operaciones de limpieza y descongelamiento de la cámara por lo menos cada seis meses

e Repuestos críticos

Resistencia

Motor de ventilador si lo tiene

Termostato o termistor

Circuito de temperatura

Lámpara piloto

f. Fallas Comunes

| SINTOMAS | CAUSA PROBABLE | ACCION |
|-------------------------------------|---|---|
| 1. No enciende el equipo. | Falta o poca energía | Medir voltaje |
| No enciende el piloto | Revisar la tensión de entrada | Medir voltaje |
| Enciende el piloto | Verificar la resistencia Verificar el termostato 1- termistor | Reemplazar Calibrar |
| 2 La temperatura es inestable | Revisar termostato Revisar resistencia Revisar circuito control | Calibrar o reemplazar Reemplazar Calibrar |
| 3 No llega a la temperatura deseada | Revisar resistencia Revisar termostato | Reemplazar Calibrar |
| 4. No controla la temperatura | Revisar circuito control | Calibrar |

4.4 Fuentes de poder

Las fuentes de poder suministran la energía necesaria a los equipos para su correcto funcionamiento Pueden ser de dos tipos

Tensión alterna

Suministran tensión alterna variable generalmente de onda senoidal a los equipos

Existen varias fuentes de tensión alterna

Tensión alterna suministrada por las empresas eléctricas

Tensión alterna suministrada por generadores de tensión operados con petróleo o gasolina

Tensión alterna suministrada por baterías de corriente continua a través de un equipo llamado Inversor que convierte la tensión continua en alterna

Tensión continua

Llamada también directa, que posee una polaridad (negativa y positiva), existen dos tipos

Tensión continua suministrada por pilas y baterías

Tensión continua suministrada por los rectificadores

a. Especificaciones

Tensión alterna de las empresas eléctricas .

220 Voltios, alterna, monofásica trifásica

Frecuencia 60 Hertz (ciclos /s)

Tolerancia $\pm 10\%$

Tensión alterna de generadores

220 Voltios, alterna, trifásica o monofásica

Frecuencia 60 Hertz

Tolerancia $\pm 15\%$

Tensión alterna de inversor

220 voltios, alterna, monofásica, onda cuadrada

Frecuencia 60 Hertz

Tolerancia

Tensión alterna de estabilizador

Frecuencia operación 40 a 75 Hertz

Tensión entrada 175 a 245 voltios

Tensión salida 220 v $\pm 4.5\%$

Distorsión forma de onda $< 1\%$

Eficiencia total 94%

Corriente sin carga despreciable

b. Seguridad

Se debe conectar la línea para todas las fuentes de poder

La potencia del estabilizador debe ser mayor que la de toda la suma de potencias de consumo de los equipos conectados

c. Operación

Los estabilizadores de voltaje generalmente son automáticos y su operación circunscribe a

Encender el equipo con el interruptor en "ENCENDIDO" (ON) y se prenderá la luz piloto

Conectar los equipos a los toma corrientes de salida, verificando siempre que la carga total no exceda la capacidad del estabilizador

d. Programa de mantenimiento

El programa se orientará a un control del voltaje ya que la mayoría de las partes son circuitos de estado sólido e integrados

e. Repuestos críticos

Circuitos de control

Relés

Transformador

f. Fallas comunes

| SINTOMAS | CAUSA PROBABLE | ACCION |
|--|--|--------------------------------------|
| 1. No enciende el equipo. | Falta o poca energía | Medir el voltaje |
| No enciende el piloto | Revisar tensión de entrada | Medir voltaje |
| Enciende el piloto | Revisar llave térmica o fusibles | Reemplazar |
| 2 Enciende el equipo | Verificar transformador Verificar relés Verificar circuito control | Reemplazar Reemplazar Calibrar |
| Voltaje variable fuera del rango de tolerancia | | Calibrar / reemplazar |

4 5 Instrumentos para medir la temperatura

La calibración de los equipos tiene relación con el control de ciertos parámetros, tales como la temperatura, para la cual dispone de instrumentos estandarizados

La medida de la temperatura se realiza usando equipos conocidos como termómetros, termistores, termopares, etc los cuales se escogen de acuerdo a la aplicación que se le va a dar, tomando en cuenta el rango de temperatura, la exactitud requerida, tiempo de respuesta, tamaño físico, compatibilidad química, etc

Los diferentes Tipos de Termómetros son:

- a) **Termómetros de vidrio:** incorporan un líquido (mercurio o un líquido orgánico) en un tubo de vidrio graduado, estos son exactos, económicos y miden la temperatura de líquidos y gases
- b) **Termómetros electrónicos:** Son medidores económicos compactos hechos de estado sólido Entre éstos tenemos

Termistores

Constan de material cerámico que generalmente disminuye su resistencia al aumentar la temperatura Son muy sensibles en el rango de 0 a 100°C

Calibración

La calibración de la temperatura se efectúa con termómetros estandarizados por entidades internacionales como el ASTM (American Society for Testing and Materials) que es una organización que ha desarrollado estándares para materiales, sistemas, productos y servicios

Así también el NIST (National Institute of Standard and Technology), una agencia gubernamental de los Estados Unidos de América, provee estándares referenciales para materiales y servicios de calibración

Para su calibración se introducirán el termómetro estándar y el termómetro para calibrar en una solución en varios puntos de temperatura y la temperatura corregida se obtendrá con la relación

$$t_c = t_o \pm d$$

Donde

t_c = Temperatura del termómetro estándar

t_o = Temperatura del termómetro a calibrar

d = Diferencia de lectura entre el termómetro estándar y el que se quiere calibrar

**TABLA DE VALORES DE UN TERMOMETRO ESTANDAR
(RANGO 0-50°C)**

| TEMPERATURA IDEAL °C | TEMPERTURA ESTANDAR °C |
|-------------------------|---------------------------|
| 0 | 0.00 |
| 10 | 9.95 |
| 20 | 19.95 |
| 30 | 30.05 |
| 40 | 40.00 |
| 50 | 50.00 |

Mantenimiento de los Termómetros

Los termómetros de vidrio no deben ser golpeados en una superficie dura, ya que pequeñas fracturas pueden producir inexactitud

No someta el termómetro a cambios de temperatura extremos porque se puede quebrar o el líquido de llenado se puede separar, si hay separación del líquido, corregir usando los siguientes métodos

Método del enfriamiento : Gradualmente sumerja sólo el bulbo en una solución de hielo seco y alcohol, manteniéndolo hasta que la columna principal y la separada se junten Luego caliéntelo suavemente

Método del calentamiento: Sólo para termómetros con un rango máximo de 260°C y una cámara de expansión grande Sumerja el bulbo y el vástago en un vaso lleno de agua Caliente hasta que la columna separada y la principal entren en la cámara de expansión Agite el termómetro en la palma de la mano con un guante apropiado Luego enfríe despacio

Para el control de temperaturas altas se usan pirómetros de tipo óptico los rayos infrarojos

Equivalencia de temperatura

Grado celcius (°C) = (5/9) (°F - 32)

Grado Farenheit (°F) = (9/5) (°C + 32)

4.6 Balanzas analíticas y de precisión

La balanza analítica puede considerarse el instrumento primordial del análisis, su cuidado y adecuado uso establecerá el primer criterio de calidad analítico de un laboratorio

Es tan importante que ningún laboratorio de análisis puede prescindir de su uso, para medir patrones, reactivos, calibrar otros instrumentos, etc

Principios

Es importante saber que todas las balanzas se basan en la comparación del peso de dos objetos, el patrón y la muestra

La comparación de pesos se realiza a través de un instrumento mecánico (en las balanzas modernas se utilizan como palanca de primera clase)

Tipos de balanzas

a) Balanza de dos platillos

Esta es esencialmente una palanca de primera clase cuyos brazos tienen la misma longitud

Supongamos que se coloca un cuerpo de masa M , en el platillo izquierdo de la balanza. Para obtener el peso del cuerpo M , se colocan pesas en el platillo de la derecha, hasta que el fiel retorna a su posición original. Se establece el equilibrio y se cumple la relación

$$F_1L_1 = F_2L_2$$

Donde

F_1 y F_2 = fuerzas que actúan sobre los brazos izquierdo y derecho del punto de apoyo

L_1 y L_2 = distancias respectivas desde los puntos ante dichos hasta el punto de apoyo

Como la balanza tiene brazos iguales, $L_1 = L_2$ y en consecuencia $F_1 = F_2$ en el equilibrio

b) Balanza de un solo platillo

Es una balanza analítica en la cual un platillo y un conjunto especial de pesas, son balanceadas por un peso fijo en el otro, los brazos no son iguales y solo se usan dos cuchillos

Calibración

Ajustar la balanza o la tensión de alimentación a la cual va conectada (voltaje)

Toda balanza lleva impresa de fábrica una etiqueta, que indica el voltaje de trabajo, si este no coincide con la tensión de la red es necesario usar un transformador de voltaje

Colocar la balanza sobre una base firme, sin vibraciones ni variaciones excesivas de temperatura, evitar los rayos solares directos y las corrientes de aire. El tomacorriente debe estar lo más cerca posible a la balanza

Montado el platillo en el interior de la cámara de pesada con los tornillos niveladores, ajustar la burbuja de aire del nivel hacia el centro de la marca circular

Antes de realizar cualquier pesada, se debe ajustar el cero en la balanza

Calibración y operación de una balanza analítica

La cruz de la balanza debe mantenerse en la posición original del equilibrio cuando se colocan masas iguales en los platillos y de pesadas constantes. Si la comparación entre la muestra y las pesas se hace sobre el mismo brazo del ástil, no hay posibilidad de que ocurra error de palanca. El equilibrio del brazo se establece manteniendo un correspondiente contrapeso en el otro extremo.

El error del brazo de palanca se encuentra así

- Coloque la balanza sin carga a cero
- Cárguese los dos platos de la balanza con dos pesas de la misma denominación, ejemplo 10g y anote la primera lectura
- Inviértase las pesas. Anote la segunda lectura
- Calcúlese, observando los signos + y -

Error del brazo de palanca = $\frac{\text{primera lectura} + \text{segunda lectura}}{2}$

$$\Delta h = \frac{(\pm X_1) + (\pm X_2)}{2}$$

X_1 = Primera Lectura.

X_2 = Segunda Lectura

La balanza debe ser estable

La precisión es el grado de coincidencia de las lecturas efectuadas en una misma balanza por cualquier número de pesada sucesivas de la misma cantidad de sustancias.

El valor numérico de la precisión equivale a la desviación estándar de las pesadas.

La desviación estándar se determina así

- Ponga la balanza sin carga a cero
- Cargue la balanza a la mitad de su capacidad. Recuerde la lectura
- Frene la balanza y saque la carga
- Anote los eventuales cambios del punto cero, pero no se vuelve a colocar a cero
- Vuelva a cargar la balanza de acuerdo con el punto b. Anote la lectura
- Repetir los puntos c, d y e por lo menos 40 veces
- Calcule el promedio aritmético de todas las lecturas
- Establecer la diferencia entre cada lectura individual y el promedio calculado
- Eleve al cuadrado y sume entre sí todas las diferencias
- Divídase la suma de las diferencias al cuadrado, por el número de pesadas menos uno
- La raíz cuadrada de este resultado es la desviación estándar

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^Z X^2}{Z - 1}}$$

La balanza debe ser sensible La sensibilidad de una balanza dependerá de su carga

Forma de hallar el error de sensibilidad

- Póngase la balanza sin carga a cero
- Cárguese un plato de la balanza con un peso suficiente para que se obtenga una lectura dentro del cuadro superior de la escala. Anotar esta lectura
- Remuevase el peso diferencial
- Cargue cada plato por ejemplo 10 g si es necesario vuelva a ajustar el cero para corregir el error de palanca y las diferencias de calibración
- Ponga el peso de prueba diferencial (según el punto b) en el mismo plato que se cargó anteriormente
- Cualquier cambio en la lectura de la escala que observe ahora, corresponde al error de sensibilidad

$$\Delta e = X_2 - X_1$$

Calibración con una pesa patrón

Coloque un peso patrón sobre el platillo de medición y accione el mecanismo de pesada

Lleve la balanza al equilibrio y lea el resultado en las unidades indicadas

Si la lectura es idéntica al patrón pesado, la balanza se encuentra calibrada

En caso contrario, disponga el mantenimiento de la balanza

Se recomienda calibrar la balanza con dos pesas patrón que estén dentro del rango de medición de las muestras para corregir la pesada

Detección de fallas en la medición del peso

Los errores de pesada pueden ser:

Debido a la balanza y las pesas

Inherente las fuentes de error tales como mecanismo de arresto defectuoso e imperfecciones de las cuchillas y sus planos de apoyo, pueden conducir a variaciones significativas del punto cero, desigualdad de los brazos y otros errores mecánicos

Del medio ambiente los cambios de temperatura, producen desplazamiento del punto cero

Si la balanza no ha sido usada durante algún tiempo (de un día para otro) es conveniente bajar y subir la cruz algunas veces para igualar cualquier tensión, que pudo crearse por cambios de temperatura

Debido a cambios en las condiciones del recipiente que se pesa, la sustancia pesada o la atmósfera

Debido al analista Por falta de cuidado y experiencia

Mantenimiento y buen uso de la balanza

La balanza debe colocarse en un local adecuado, en una habitación separada del laboratorio para protegerla de los vapores La balanza no debe estar cerca de una ventana o un radiador, debe colocarse para evitar daños sobre una base firme, no exponerse a la luz directa del sol ni a las corrientes de aire

Todas las sustancias deben pesarse en recipiente para evitar el ataque de los platillos. Estos pueden ser pesa filtros, vidrio de reloj, crisoles, pequeños frascos erlenmeyer. Los líquidos corrosivos y sólidos volátiles pesarlos en recipientes herméticamente cerrados. Los objetos a pesar, deben tener la temperatura de la balanza. La balanza debe mantenerse limpia, usando pinceles de pelo o camello para los platillos. Las pesas deben manejarse sólo con pinzas de punta de hueso o plástico. La cruz debe estar levantada y los platillos frenados antes de colocar cualquier objeto sobre estos últimos.

4.7 Cristalería de uso analítico

Debe prestarse atención especial a la calidad del vidrio para guardar soluciones. Para vasos y matraces se recomienda el uso de vidrio de borosilicato debido a que su coeficiente de dilatación es mucho menor que el del vidrio común y se puede evitar roturas por choques y cambios de temperatura.

La cristalería que se usa para contener soluciones que deban protegerse de la luz, deben ser de vidrio de borosilicato tratado externamente con color rojizo (corning 7740).

Los vidrios de borosilicato (corning 7740, kimble K6 – 33), pueden ser usados hasta 600°C , son recomendados para uso general del laboratorio.

La cristalería que no requiera ser sometida a temperaturas superiores a los 400°C deberán tener bajo contenido de boro ($< 0.2\%$ de B_2O_3).

Las varillas de agitación de tubos (conexiones) por lo general son de vidrio "común" a base de sosa y cal (corning 0088, kimble R6).

Resistencia química de la cristalería Pyrex y Vycor

| Líquido | Pérdida promedio de peso por frasco Erlenmeyer de 250 mL | |
|-----------------------------|--|--------------|
| | Pyrex (mg) | Vycor (mg) |
| Agua | 2 | 1 |
| H_2SO_4 1 N | 4 | 1 |
| HCl 6 N | 22 | 4.5 |
| NaCl 5% en HCl 0.001 N | No significativo | -- |
| Na Cl 5% | 7 | -- |
| Na OH 0.05 N | 90 | 40 |
| Na OH 0.5 N | 285 | -- |

Cristalería volumétrica común

Para ejecutar medidas precisas generalmente se usa cristalería volumétrica. En este grupo tenemos balones volumétricos (fiolas), pipetas volumétricas y buretas, y para medidas menos exactas se usan cilindros graduados (probetas), etc.

La cristalería volumétrica normalmente esta marcada volumen determinado (TC) o vierten determinado volumen (TD)

Los balones volumétricos son TC, esto es que, contienen determinado volumen. Las pipetas son calibradas TD, esto es que, vierten un determinado volumen o el vaciado se efectúa en forma vertical. La punta debe estar en contacto con la pared del recipiente que esta recibiendo una solución por un período de dos a tres segundos, y el líquido retenido en la punta no debe ser removido.

Las buretas también son calibradas TD, y su tiempo de escurrimiento no debe ser inferior a 0.7 mL/s, en caso contrario, mucho material queda adherido a las paredes, produciendo lecturas falsas.

Es bueno asegurarse que toda la cristalería volumétrica haya sido lavada escrupulosamente y que la película del líquido no sea quebrada durante el vertimiento.

Tolerancia para la cristalería volumétrica

| Tipo de cristalería | Capacidad (mL) | Límite de error (mL) |
|---------------------|------------------|------------------------|
| Frasco graduado | 25 | 0.03 |
| | 50 | 0.05 |
| | 100 | 0.08 |
| | 200 | 0.10 |
| | 250 | 0.11 |
| | 300 | 0.12 |
| | 500 | 0.15 |
| | 1 000 | 0.30 |
| | 2,000 | 0.50 |
| Pipeta | 2 | 0.006 |
| | 5 | 0.01 |
| | 10 | 0.02 |
| | 25 | 0.025 |
| | 30 | 0.03 |
| | 50 | 0.05 |
| | 100 | 0.08 |
| | 200 | 0.10 |
| Bureta (*) | 5 | 0.01 |
| | 10 | 0.02 |
| | 30 | 0.03 |
| | 50 | 0.05 |
| | 100 | 0.10 |

(*) límites de error son considerados en la capacidad parcial o total, siendo usual probarlos en cinco intervalos.

Método general de calibración

La cristalería volumétrica se calibra, pesando la cantidad de agua pura contenida o emitida a una temperatura dada y calculando el volumen a partir de la masa. El volumen de un recipiente puede determinarse directamente, comparándolo con otro que ha sido calibrado.

Es importante tener en cuenta que la densidad del agua varía con la temperatura, que el volumen del recipiente de vidrio varía con la temperatura y que el agua que lleva el recipiente se pesa en aire

Instrucciones para calibración

La cristalería que se va a calibrar debe estar limpia y libre de grasa. La cristalería y el agua se debe dejar por un tiempo en la habitación donde se va hacer la calibración. Debe usarse agua destilada y las temperaturas deben leerse con una aproximación de 0.5°C

Balones volumétricos

Los balones volumétricos tienen una capacidad mayor de 100 a 200 mL, usar una balanza con una carga hasta 2 Kg y una sensibilidad mínima de 0.01 g

- 1 En el platillo derecho colocar el balón y pesas numéricamente iguales al volumen nominal del balón
- 2 En el platillo izquierdo colocar las pesas necesarias para mantener el equilibrio de la balanza
- 3 Retirar del platillo derecho las pesas que representan el volumen nominal del balón
- 4 Llenar con agua destilada el balón hasta que se restituya el equilibrio, sin humedecer el cuello del balón volumétrico
- 5 Retirar el balón de la balanza y se pega una tira engomada en el cuello para indicar la posición del menisco. El borde superior de la etiqueta debe ser tangente a la parte inferior del menisco

Pipetas

Llenar la pipeta por encima de la marca con agua destilada, aplicando succión suave y cerrando el extremo superior con el índice seco

Con papel filtro secar la punta y dejar que el agua fluya lentamente mientras que el extremo de la pipeta se mantiene contra la pared de un vaso, hasta que el menisco del agua coincida exactamente con la marca. Luego colocar la punta de la pipeta en contacto con la pared del recipiente en el cual se va a pesar el agua. Este debe estar prepesado con una aproximación de 0.005 g. La pipeta se desagota, y se mantiene en contacto con la pared del recipiente 15 segundos después que ha cesado el flujo de líquido y luego se retira. En base al peso del agua emitida se calcula la capacidad de la pipeta.

Buretas

Una bureta se controla a intervalos de 5 – 10 mL. Se fija en un soporte y se llena con agua destilada un poco más arriba de la marca superior. Llevar el nivel del agua hasta la marca cero, abriendo la llave. Si hay burbujas de aire en la punta de la bureta, se eliminan agregando más agua y abriendo la llave al máximo. Después de registrar la lectura y secar la punta, girar lentamente la llave de modo que el líquido gotee en un erlenmeyer de 100 mL con tapa. En 30 segundos, se emiten 5 mL. Se toca la pared interior del frasco con la punta de la bureta para eliminar la gota de agua adherida y pesar el frasco tapado en una balanza analítica con aproximación de 0.005 g. Leer el nivel de agua medio minuto después del final de la emisión. Hacer las lecturas con una aproximación de 0.01 mL en base al

peso del agua emitido se calcula el volumen y se compara el resultado con el volumen observado

4.8 Medidores de pH

Su medida es importante en el tratamiento del agua de consumo humano (control de agua cruda y los procesos de coagulación, desinfección, ablandamiento y de su capacidad de corrosión en la red) en caracterización de aguas residuales y en el tratamiento químico y biológico de desechos industriales y domésticos

Instrumentación

Los componentes principales de un medidor de pH son Un electrodo sensor, un electrodo de referencia, ambos conectados a un voltímetro de alta impedancia capaz de registrar el voltaje de los electrodos de alta resistencia El circuito se completa cuando los electrodos se sumergen en la solución problema

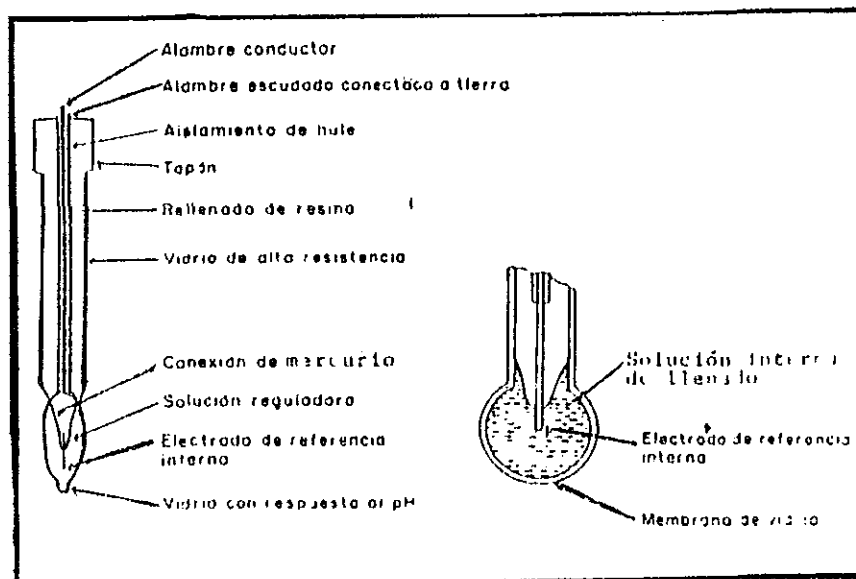
Electrodo de vidrio

El electrodo tiene un bulbo sensible de un vidrio especial que contiene una concentración fija de ácido clorhídrico o una solución de cloruro que esta en contacto con un electrodo de referencia interno. (figura 1)

Cuando el electrodo se usa por primera vez, se debe dejar en agua destilada por 1 o 2 días para que, sobre la superficie del bulbo, se forme una capa gelatinosa que actúa como una membrana de intercambio de iones

Cuando el electrodo se sumerge en la solución , el vidrio sensible (red de silicato) absorbe agua, hidratando los iones del metal alcalino Entonces algunos de los iones hidrogeno de la solución penetran en la capa superficial y los iones sodio se liberan permitiendo que los protones hidratados crucen el límite de la doble capa de iones más fácil que cualquier otro ión negativo

Figura 1 . Construcción de un electrodo con respuesta al pH a base de otro de membrana de vidrio



Electrodos de referencia

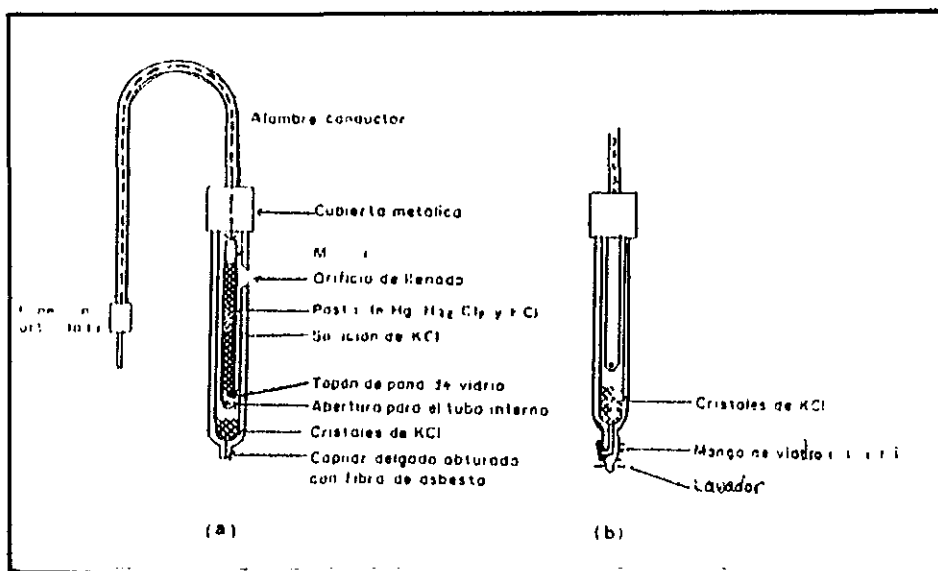
Estos electrodos consisten de una media celda de un potencial de electrodo constante y contiene los siguientes componentes (figura 2)

La media celda interna de referencia que por lo general, es de plata (cloruro de plata o calomel)

El electrolito del puente salino

Un pequeño canal en la punta del electrodo a través del cual fluye lentamente el electrolito del puente salino y establece el contacto con los otros componente de la celda electroquímica

Figura 2 Electrodos de calomel: (a) tipo fibra y (b) tipo manga



Electrodo de Calomel

Los electrodos de calomel consisten de un elemento no atacable como el platino, en contacto con el mercurio/cloruro de mercurio (1) calomel y una solución neutra de cloruro de potasio de concentración conocida y saturada con calomel

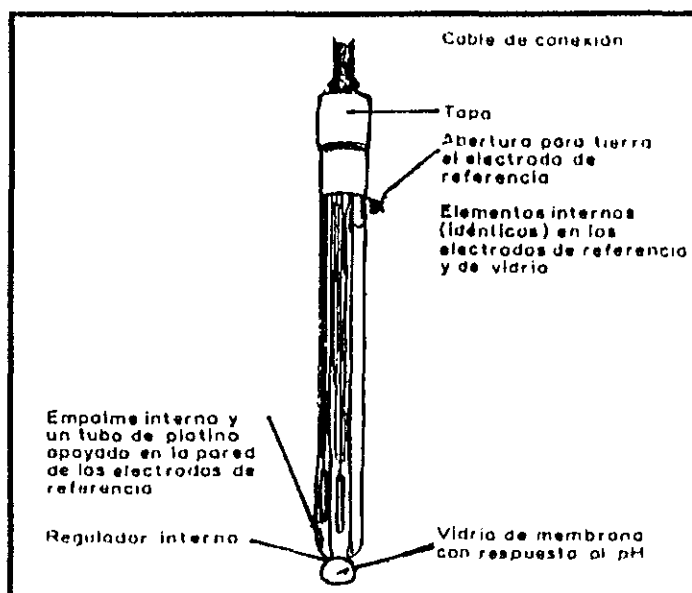
Electrodo de plata/cloruro de plata

Consisten de plata metálica (alambre, varilla o gasa) recubiertos con una capa de cloruro de plata sumergida en una solución de cloruro de concentración conocida que también esta saturada con cloruro de plata

A veces se combina el electrodo de vidrio y el de referencia con un sistema único común para la facilidad de manipulación, mayor resistencia y medición de pequeños volúmenes de muestras

La figura 3 muestra una combinación de electrodo indicador y de referencia construidos de vidrio en una sola unidad

Figura 3 Electrodo combinación pH / referencia (sargent – Welch)



Orden de soluciones amortiguadoras

Ácido cítrico 0.1M Pesar 21.008 g de ácido cítrico Adicionar 200.0 mL de NaOH 10N aforar a 1000.0 mL con agua destilada

Solución de fosfato de sodio anhidro dibásico 15M pesar 7.231 g de Na_2HPO_4 aforar en 1000.0 mL de agua destilada

Solución de fosfato de sodio dibásico hidratado pesar 23.865 g de sal ($\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) ó 11.876 g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ aforar en 1000.0 mL de agua destilada

Solución de fosfato de potasio monobásico 15M Pesar 9.078 g de KH_2PO_4 y aforar a un volumen final de 1000.0 mL con agua destilada

Solución de borato de sodio decahidratado (Borax) 20M Pesar 19.1 g de sal ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) y aforar a 1000.0 mL con agua destilada

Solución de acetato de sodio 0.2 M Disolver 27.2 de acetato de sodio $\text{CH}_3\text{-COONa} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y diluir a 1000.0 ml

Ácido clorhídrico 10N Tomar 9.7 mL de HCl p.a. 37% y aforar a volumen de 1000.0 mL con agua destilada titular con solución de borax puro

Agregar 50 0 mL de agua destilada y 2 gotas de anaranjado de metilo titular con el ácido a ser estandarizado hasta el viraje del indicador

Realizar la titulación por triplicado

Usar la siguiente ecuación para calcular la normalidad

$$N_x = \frac{V_a N}{V_b}$$

Donde

V_a= Volumen de ácido

N= Normalidad del ácido

V_b= Volumen de hidróxido de sodio usado en la titulación

N_x = Normalidad

$$N = \frac{g \times 1000}{V C}$$

Donde

C= 190 71

V= Volumen de solución a titular

g= g de borax

N = normalidad

Acido acético 0.2M: Diluir 12 0 mL de ácido acético glacial a 1000 0 mL con agua destilada, titular con hidróxido de sodio, usando fenoltaleina como indicador

Hidróxido de sodio 10N: Pesar 4 2 g de NaOH p a, disolver 1000 0 mL con agua destilada

titular con una solución de HCL 10N usando anaranjado de metilo

Procedimiento de calibración del medidor de pH

En general, se sigue el siguiente procedimiento

Antes de usar un electrodo, retirarlo de la solución en la que estaba almacenado, lavarlo y secarlo con un papel suave

Seleccionar dos soluciones buffer de referencia, una de pH = 7 y la otra para el ajuste de la pendiente, dentro de 2 unidades de pH, con relación al pH de la muestra problema.

Colocar en un vaso el primer buffer y sumergir el o los electrodos Seguir instrucciones del fabricante Repetir la medición con la solución buffer hasta obtener 2 lecturas sucesivas que no difieran en más de 0 02 unidades de pH del valor del buffer correspondiente

Retirar los electrodos del primer buffer, lavar 3 veces con agua destilada, secar y sumergir en el segundo buffer Ajustar con el dispositivo de compensación de temperatura hasta que el medidor indique el valor de pH del buffer a la temperatura de la medición (ajuste de pendiente)

Retirar los electrodos del segundo buffer, lavarlos y secarlos

El o los electrodos están listos para su uso

Nota: Mantener los electrodos sumergidos en una solución adecuada cuando no están en uso.

Mantenimiento del equipo

Las soluciones recomendadas para mantener los electrodos cuando no se usan, varían con el tipo de electrodo

El electrodo de vidrio puede mantenerse en un buffer de pH 4.0, agua de caño o destilada
El electrodo de combinación y el de referencia en solución saturada de KCL

Técnicas de limpieza del electrodo de vidrio

Rejuvenecer el electrodo sumergiéndolo alternadamente por 3 veces en HCL 0.1N y NaOH 0.1N

Si da buen resultado, sumergir la punta del electrodo en solución de fluoruro de potasio (KF) 30 segundos

Remojar el electrodo toda la noche en solución buffer pH 7.0

Lavar y mantener el electrodo en buffer pH 7.0, pero no usar la solución anterior

Antes de usar el electrodo, lavarlo con agua destilada

Las películas de proteínas adheridas a la superficie del electrodo pueden ser removidas con una solución de pepsina al 10% ajustado a pH 1 a 2

Técnica de limpieza del electrodo de referencia

Limpiar la punta obstruida aplicando succión a la punta o hervir la punta en agua destilada hasta que el electrólito fluya libremente, cuando se aplica succión a la punta o presión al orificio lleno

4.9 Medidores de Oxígeno Disuelto

La medición de oxígeno disuelto es necesario para el control de la calidad del agua en la protección de la vida de los peces y otros organismos acuáticos (4 ppm), así como para el control de la corrosividad, la actividad fotosintética y el grado de septicidad de las aguas, también esta medición sirve para la determinación de la DBO

Consideraciones generales

La solubilidad del oxígeno en el agua varía con la temperatura

La solubilidad del oxígeno varía con la salinidad de la misma y es menor en agua con alto contenido de electrolitos

La solubilidad varía directamente con la presión atmosférica a cualquier temperatura dada

Medidores de Oxígeno Disuelto

Actualmente la medida del OD se efectúa mediante procedimientos estándar, como el método Winkler o alguna de sus modificaciones y equipos electrométricos con sensores para la medición directa del OD

Procedimiento de operación**Calibración: ajuste de cero**

Para calibrar el instrumento, ajustar el cero, luego de sumergir el sensor en agua que contiene 1 g de sulfito de sodio y 2 gotas de solución saturada de cloruro de cobalto por litro de agua, con lo cual la lectura no debe dar más de 0.01 mg O₂/L

El valor del oxígeno disuelto usado para calibrar el equipo, se puede obtener por 3 métodos Método Winkler, agua saturada con oxígeno, agua saturada con aire

Calibración por el método Winkler

Tomar un volumen de agua de una fuente cualquiera y diluirla en 4 porciones

Determinar la concentración de oxígeno en tres de las porciones, usando la técnica Winkler de titulación y sacar el promedio de los tres valores Si uno de los valores difiere del otro por más de 0.5 mg/L, descartar este valor y promediar los dos restantes

Usar la cuarta porción para calibrar el equipo, llevándolo al valor promedio determinado anteriormente

Calibración con agua saturada de oxígeno

Saturar con aire un volumen de agua por aeración o agitación, por lo menos 15 minutos y a una temperatura constante

Registrar el dato de temperatura y obtener el valor de OD de la tabla 1

Determinar la altitud o la presión atmosférica y determinar el factor de corrección por altitud de la tabla 2

Multiplicar el valor en mg/L obtenido de la tabla 1 por el factor de corrección hallado anteriormente Usar este valor para la calibración del equipo

Calibración con aire

Colocar el sensor en aire húmedo o en botella de DBO que contiene aproximadamente 50.0 mL de agua, alternativamente se puede envolver el sensor con un tapón húmedo, teniendo cuidado que la tela no toque la membrana

Esperar aproximadamente 10 minutos para la estabilización de la temperatura

Medir la temperatura y determinar el valor de OD de la tabla 1

Determinar el factor de corrección atmosférica de la tabla 2

Multiplicar el valor en mg/L obtenido de la tabla 1 por el factor de corrección Usar este valor para la calibración del equipo

Calibración con aire – agua de mar

Colocar el sensor en aire húmedo o en una botella de DBO que contiene aproximadamente 50.0 mL de agua, alternativamente se puede envolver el sensor con un paño húmedo, cuidando que la tela no toque la membrana

Esperar aproximadamente 10 minutos para la estabilización de la temperatura

Medir la temperatura y determinar el valor de OD de la tabla 3 “ Solubilidad del oxígeno en agua de mar”

Ajustar la lectura en el medidor al valor determinado anteriormente Esperar 2 minutos para verificar la estabilidad de la calibración

De preferencia, calibrar el equipo con una muestra de agua de característica similar a la que se va a medir

Calibración del electrodo de membrana

El electrodo de oxígeno mide directamente la concentración de oxígeno (presión parcial del oxígeno)

Bajo condiciones de equilibrio, la presión parcial o actividad del oxígeno en agua saturada con aire es igual al oxígeno en el aire húmedo arriba del agua

El aire seco contiene cerca de 20.9 % de oxígeno y su presión parcial (pO_2) varía con la presión barométrica

$$pO_2 = (760 - 17.5) \times 0.209 = 155 \text{ mm}$$

Tabla 1
Solubilidad del oxígeno en agua dulce

| Temperatura | OD mg/L | Temperatura °C | OD mg/L |
|-------------|---------|----------------|---------|
| 0 | 14.60 | 23 | 8.56 |
| 1 | 14.19 | 24 | 8.40 |
| 2 | 13.81 | 25 | 8.24 |
| 3 | 13.44 | 26 | 8.09 |
| 4 | 13.09 | 27 | 7.95 |
| 5 | 12.75 | 28 | 7.81 |
| 6 | 12.43 | 29 | 7.67 |
| 7 | 12.12 | 30 | 7.54 |
| 8 | 11.83 | 31 | 7.41 |
| 9 | 11.55 | 32 | 7.28 |
| 10 | 11.27 | 33 | 7.16 |
| 11 | 11.01 | 34 | 7.05 |
| 12 | 10.76 | 35 | 6.93 |
| 13 | 10.52 | 36 | 6.82 |
| 14 | 10.29 | 37 | 6.71 |
| 15 | 10.07 | 38 | 6.61 |
| 16 | 9.85 | 39 | 6.51 |
| 17 | 9.65 | 40 | 6.41 |
| 18 | 9.45 | 41 | 6.31 |
| 19 | 9.26 | 42 | 6.22 |
| 20 | 9.07 | 43 | 6.13 |
| 21 | 8.90 | 44 | 6.04 |
| 22 | 8.72 | 45 | 5.95 |

Tabla 2
Corrección por presión atmosférica.

| Presión atmosférica mm Hg | Altitud equivalente pies | Factor corrección |
|---------------------------|--------------------------|-------------------|
| 775 | 540 | 1.02 |
| 760 | 0 | 1.00 |
| 745 | 542 | 0.98 |
| 730 | 1094 | 0.96 |
| 714 | 1688 | 0.94 |
| 699 | 2274 | 0.92 |
| 684 | 2864 | 0.90 |
| 669 | 3466 | 0.88 |
| 654 | 4082 | 0.86 |
| 638 | 4756 | 0.84 |
| 623 | 5403 | 0.82 |
| 608 | 6065 | 0.80 |
| 593 | 6744 | 0.78 |
| 578 | 7440 | 0.76 |
| 562 | 8204 | 0.74 |
| 547 | 8939 | 0.72 |
| 532 | 9694 | 0.70 |
| 517 | 10472 | 0.68 |
| 502 | 11273 | 0.66 |

Tabla 3
Factores de corrección por salinidad (Cloruro en mg/L) para la solubilidad del oxígeno

| Solubilidad (partes por mil) | Factor de corrección por salinidad |
|------------------------------|------------------------------------|
| 0 | 1.00 |
| 2 | 0.98 |
| 4 | 0.96 |
| 6 | 0.94 |
| 8 | 0.92 |
| 10 | 0.90 |
| 12 | 0.88 |
| 14 | 0.86 |
| 16 | 0.85 |
| 18 | 0.84 |
| 20 | 0.82 |
| 22 | 0.80 |
| 24 | 0.78 |
| 26 | 0.76 |
| 28 | 0.75 |
| 30 | 0.73 |
| 35 | 0.70 |
| 40 | 0.66 |
| 45 | 0.63 |
| 50 | 0.60 |

Detección de problemas en la medición de OD

a) Calibración inapropiada

Para minimizar los errores, se debe tener en cuenta lo siguiente. Los posibles cambios en la muestra, con el tiempo, el uso de reactivos guardados por mucho tiempo o contaminados y la dificultad en determinar el punto final de la titulación

b) Reemplazo inapropiado de la membrana

Cuando no se coloca bien la membrana y quedan atrapadas burbujas de aire, las lecturas serán erróneas, al practicar la operación puede usarse un pedazo de membrana usada

c) Velocidad de agitación insuficiente

El uso de agitadores magnéticos en botellas de 300 0 mL pueden causar la formación de un remolino en la muestra y calentar la muestra. Para evitar esos problemas se debe usar un sensor provisto de su propio agitador

d) Pérdida del electrólito

Esto se detecta cuando el equipo pierde sensibilidad, cuando no puede ser calibrado a una apropiada lectura o por una excesiva caída del valor propio de la calibración

Mantenimiento

Reemplazo de la membrana

En promedio se debe reemplazar cada 2 – 4 semanas

Asegurar la membrana bajo su dedo izquierdo. Agregar electrólito al sensor hasta que esté cubierto el cátodo de oro (figura 4). Manipular la membrana con cuidado, manteniendo limpio y libre de polvo, tocar solo los terminales (B)

Con el dedo pulgar y el dedo índice de la otra mano, coger la parte final libre de la membrana (C)

Con movimiento continuo, estirar la membrana para cubrir el sensor (D)

Asegurar el final de la membrana con el dedo índice de la mano que esta sujetando el sensor (E)

Colocar el anillo “o” sobre la membrana que cubre el sensor. Asegurar que la membrana no quede arrugada o burbujas de aire atrapadas (F)

Retirar el exceso de la membrana sobre los costados con una tijera o navaja cortante (G), chequear que el sensor de temperatura de acero inoxidable no este cubierta de exceso de membrana

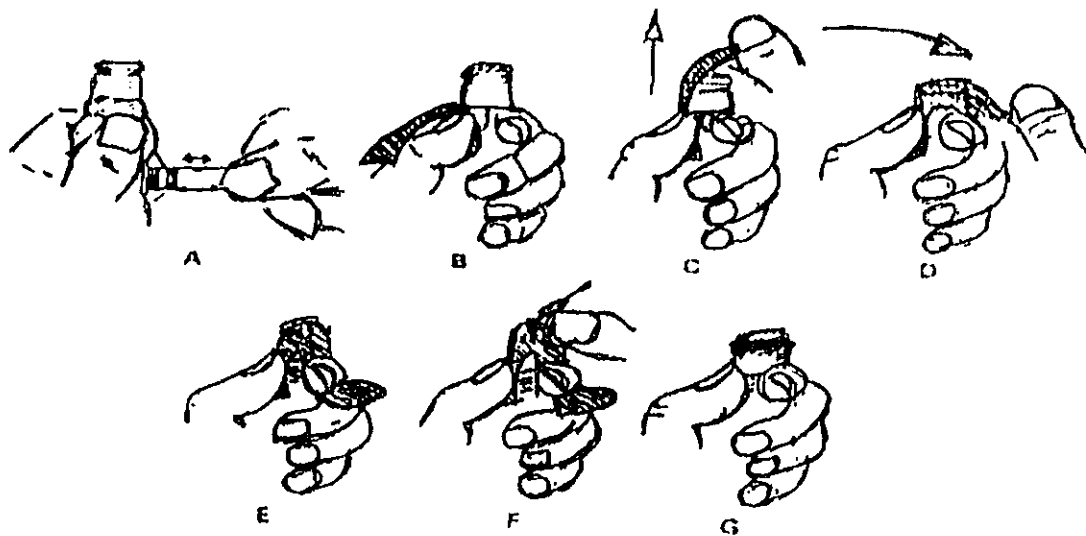
Conectar el sensor al microamperímetro y sumergirse en una muestra de agua libre de oxígeno (solución de sulfito de sodio) hasta que se estabilice

Si el electrólito se ha evaporado y/o una excesiva cantidad de burbujas se forman bajo la membrana o esta se ha dañado, nivelar el reservorio con KCL e instalar una membrana nueva.

Reemplazar la membrana si las lecturas son erráticas o si la calibración no es estable

El electrólito puede prepararse haciendo una solución saturada de KCL grado reactivo y agua destilada, luego diluir esta solución (1 l)

Figura 4
Reemplazo de la membrana



Cátodos

El cátodo de oro debe ser siempre brillante y sin mancha si se pone oscuro o plateado, llamar al técnico especializado

Almacenamiento del sensor

No dejarlo en el aire, para evitar el secado de la solución del electrolito

Cuando en una botella o tubo de ensayo con solución de sulfito de sodio o agua de chorro con gotas de formaldehído para prevenir el crecimiento de limo

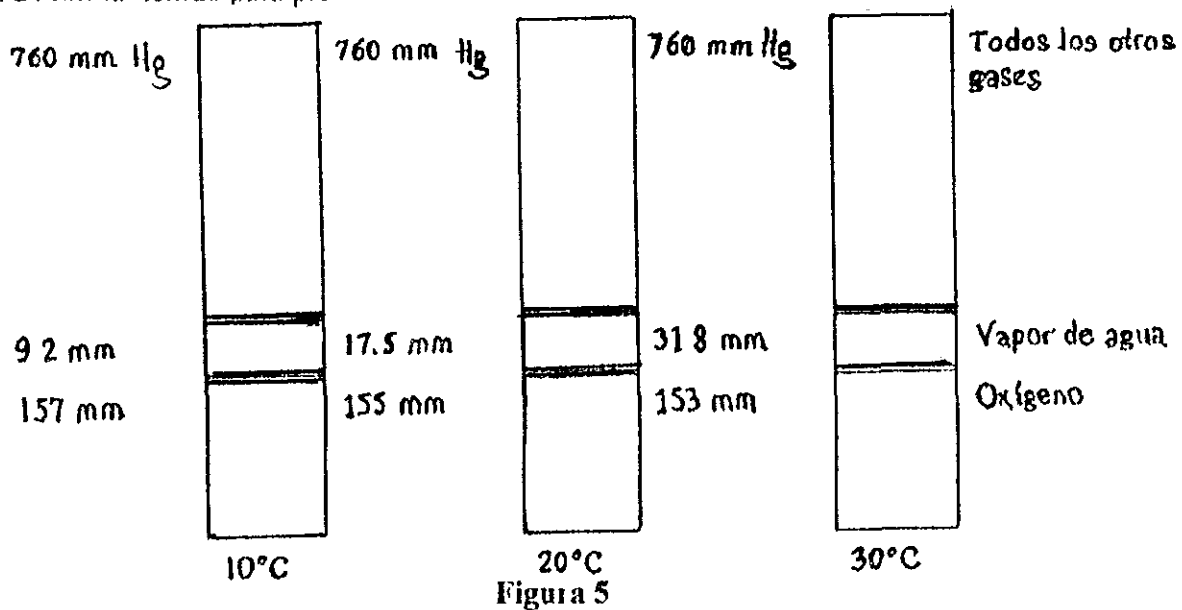


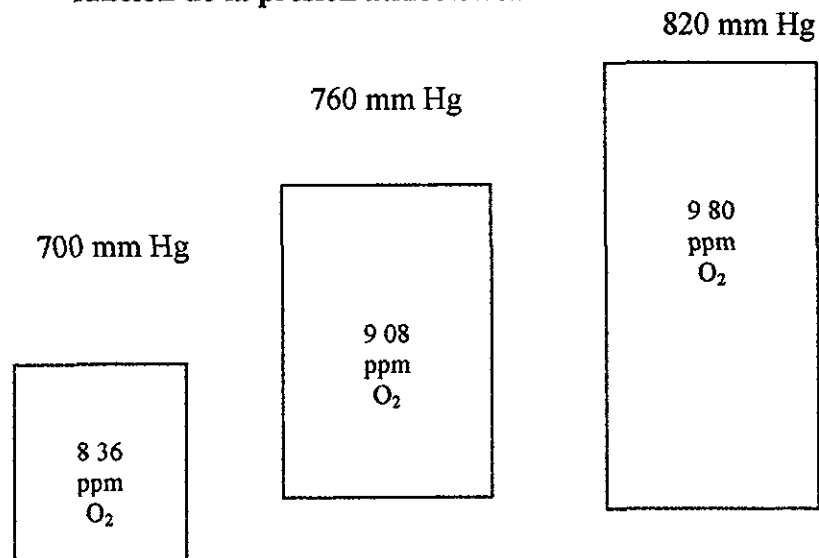
Figura 5

Presión parcial del oxígeno en aire saturado con agua (agua saturada con aire) como una función de la temperatura o presión barométrica estándar

Tabla 5
Presion parcial del agua y solubilidad del oxigeno en agua a 760 mm como una
función de la temperatura.

| T (°C) | PH 20 (mm Hg) | (ppm) |
|--------|---------------|-------|
| 10 | 9.2 | 11.28 |
| 15 | 12.8 | 10.07 |
| 20 | 17.5 | 9.08 |
| 25 | 23.8 | 8.26 |
| 30 | 31.8 | 7.57 |
| 35 | 42.2 | 6.98 |
| 40 | 55.3 | 6.47 |

Figura 6
Concentración del oxígeno disuelto en aire saturado con agua a 20 °C como una
función de la presión atmosférica



ANEXOS

ANEXOS 1

HERRAMIENTAS Y EQUIPOS DE MANTENIMIENTO

Herramientas básicas

| DESCRIPCION | TIPO/CLASE | DIMENSIONES |
|---|---------------------|---|
| A. MANUALES | | |
| Desarmador | Plano | Grande |
| | Plano | Mediano |
| | Plano | Pequeño |
| | Estrella | Mediano |
| | Estrella | Pequeño |
| | Philips | Mediano |
| | Philips | Pequeño |
| | Perillero, plano | Pequeño |
| | Perillero, estrella | Pequeño |
| Alicate | Electricista | Mediano |
| | Punta | Mediano |
| | Corte | Mediano |
| | Corte | Pequeño |
| | Pico de loro | Mediano |
| | Múltiple | Mediano |
| | De presión | Mediano |
| Juego de llaves, pulgada | Boca de corona | 1/4", 9/32", 5/16", 11/32", 3/8", 7/16", 1/2", 9/16", 5/8", 11/16", 3/4", 13/16", 7/8", 15/16" y 1" |
| Juego de llaves milimétricas | Boca y corona | 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24 |
| Juego de datos de pulgada con Adaptadores y ratch | Eje de 1/4" | 1/8", 5/32", 3/10", 7/32", 1/4" |

| DESCRIPCION | TIPO/CLASE | DIMENSIONES |
|---|-------------|--|
| Juego de dados de pulgadas Con adaptadores y ratch | Eje de 3/8" | 3/8", 7/16", 1/2", 9/16", 5/8", 11/16", 3/4" |
| Juego de dados de pulgadas Con adaptadores y ratch | Eje de 1/2" | 1/2", 9/10", 5/8", 11/16", 3/4", 13/16", 7/8", 15/16", 1" |
| Juego de dados de milimetricos Con adaptadores y ratch | Eje 3/8" | 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18 y 19 mm |
| Arco de sierra | Metal | Grande |
| | Metal | Pequeña |
| Sierras | Metal | Pequeña |
| | Metal | Grande |
| Llave | Francesa | 5" |
| | | 7" |
| | | 10" |
| | Inglesa | 7" |
| | | 10" |
| Tornillo | De prensa | 5" |
| Lima | Plana | Mediana |
| | Redonda | Mediana |
| | Triangular | Mediana |
| | Plana | Pequeña |
| | Redonda | Pequeña |
| | Triangular | Pequeña |
| Martillo | Metal | Mediano |
| | Jebe | Mediano |
| Tarrajas de pulgada | Hembra | 1/2", 7/16", 3/8", 5/16", 1/4" |
| | Machos | 1/2", 7/16", 3/8", 5/16", 1/4" |
| Regla | Metal | 50 cm |

| DESCRIPCION | TIPO/CLASE | DIMENSIONES |
|-----------------------------------|----------------------------|--|
| Wincha | Metal | 3 m |
| Calibrador | Metal | - |
| B. ELECTRICAS | | |
| Taladro, 2 velocidades o variable | Con/sin percutor | 1/2" |
| Accesorios | | |
| Brocas | De fierro | 1/2" , 31/64", 15/32", 29/64", 7/16", 27/64", 17/32", 25/64", 3/8", 23/64", 11/32", 21/64", 5/16", 19/64", 9/32", 17/64", 1/4", 15/64", 7/32", 13/64", 3/16", 11/64", 5/32", 9/64", 1/8", 7/64", 3/32", 5/64", 1/16" |
| | De cemento | 3/8", 1/4" |
| Escobillas | De fierro circular | Mediana |
| | De fierro cónica | Mediana |
| Esmeriles | Cilíndrico | Mediano |
| | Cilíndrico | Pequeño |
| | Circular | Mediano |
| | Circular | Pequeño |
| | Cónico | Mediano |
| | Cónico | Pequeño |
| Caladora, 2 velocidades | | |
| Accesorios | | |
| Sierra | Metal para cortar plástico | Pequeña |
| | Metal para cortar metal | Pequeña |
| | Metal para cortar madera | Pequeña |
| Cautin | Pistola | 120 watts |

| DESCRIPCION | TIPO/CLASE | DIMENSIONES |
|---------------------|----------------------------|-------------|
| Cautin | Lapicero | 45 watts |
| Accesorios | | |
| Desoldador | Succión | Mediano |
| Soldadura de estaño | 60/40 bajo punto de fusión | -- |
| Esmeril electrónico | Disco | 5" |
| Accesorios | | |
| Piedra esmeril | Gruesa | 5" |
| Piedra esmeril | Fina | 5" |
| C. MISCELANEOS | | |
| Grasa | Silicona | Mediano |
| | Gruesa | Mediano |
| | Fina | Mediano |
| Aceite | Lubricación | Mediano |
| Pegamento | Gomaloca | |
| | Terokal | |
| | Epóxico, solid-mix | |
| Tornillos | Autoroscantes | |
| Pernos | Rosca fina | Mediano |
| Arandelas | Planas | Mediano |
| | De presión | Mediano |

**PROGRAMA DE MANTENIMIENTO DE EQUIPOS
FICHA TECNICA**

EQUIPO: INCUBADORA DE DBO

| | | | |
|--|--|--|---------------------------|
| MARCA | MODELO | Nº DE SERIE | Nº DE INVENTARIO |
| POTENCIA | VOLTAJE | AMPARAJE | OTROS |
| MANUAL DE INSTRUCCIONES | MANUAL DE MANTENIMIENTO | | |
| FRECUENCIA DE MANTENIMIENTO | INTENSIDAD (MENSUAL) EFMAMJASOND* | INTERMITENTE (TRIMESTRAL) F M A N** | BAJA (SEMESTRAL) JD*** |
| | | X | |
| UNIDADES | INSPECCION | CONTROL | OBSERVACIONES |
| 1. FUENTE DE PODER - Llave general - Termostato - Resistencia | Fusibles o contactores Contactores Aspecto externo | Estado y continuidad Superficie y apertura Continuidad y aislamiento | |
| 2. CONTROL DE TEMPERATURA - Termistor | Temperatura minima y maxima | Estado y rangos | |
| 3 ACCESORIOS - Termómetro de control | Rango de temperatura | Estado | |

* MESES DEL AÑO

** FEBRERO, MAYO, AGOSTO Y NOVIEMBRE

*** JUNIO Y DICIEMBRE

METODO COLORIMETRICO

Este método representa una menor inversión inicial, pero es motivo de graves interferencias por el calor, turbiedad, contenido salino, material coloidal, cloro libre y varios agentes oxidantes y reductores

Los indicadores pueden deteriorarse, lo mismo que los patrones de color con los que se comparan y más aún, ningún indicador abarca la gama de pH de interés de las aguas

Por ello, sólo se emplea para determinaciones rápidas y aproximadas

INDICADORES MAS USADOS PARA MEDIR pH

| NOMBRE | TOMA DE VIRAJE | CAMBIO DE COLOR |
|----------------------|----------------|---------------------------|
| Azul de bromofenol | 3.0 – 4.6 | Amarillo – púrpura |
| Anaranjado de metilo | 3.1 – 4.4 | Rojo – naranja |
| Verde de bromocresol | 3.8 – 5.4 | Amarillo – azul |
| Rojo de metilo | 4.4 – 6.2 | Rojo – amarillo |
| Rojo de clorofenol | 4.8 – 6.4 | Amarillo – púrpura |
| Azul de bromotimol | 6.0 – 7.6 | Amarillo azul |
| Rojo de fenol | 6.4 – 8.2 | Amarillo – rojo |
| Rojo de cresol | 7.0 – 8.8 | Anaranjado – púrpura |
| Azul de timol | 8.0 – 9.6 | Amarillo – azul |
| Fenolftaleína | 8.2 – 9.8 | Incoloro – violeta rojizo |
| Timolftaleína | 9.3 – 10.5 | Incoloro – azul |

PREPARACION DE SOLUCIONES TAMPON : TEMPERATURA 20 °C

| pH | mL Acido Cítrico 0,1 M | mL Fosfato de Sodio 15M |
|-----|------------------------|-------------------------|
| 3.8 | 12.90 | 7.10 |
| 4.0 | 12.29 | 7.70 |
| 4.2 | 11.72 | 8.28 |
| 4.4 | 11.18 | 8.82 |
| 4.6 | 10.65 | 9.35 |
| 4.8 | 10.14 | 9.86 |
| 5.0 | 9.70 | 10.30 |
| 5.2 | 9.28 | 10.72 |
| 5.4 | 8.85 | 11.15 |

| pH | mL BORAX 2M | mL HCl 10N |
|-----------|--------------------|-------------------|
| 8.2 | 58.60 | 41.40 |
| 8.4 | 62.90 | 37.10 |
| 8.6 | 68.00 | 32.00 |
| 8.8 | 75.50 | 24.50 |
| 9.0 | 85.60 | 14.40 |
| 9.2 | 98.10 | 1.90 |
| 9.4 | 84.60 | 15.40 |
| 9.6 | 79.00 | 21.00 |
| 9.8 | 63.70 | 36.30 |
| 10.0 | 59.00 | 41.00 |
| 10.2 | 56.00 | 44.00 |

| pH | Acetato de Sodio 0,2 M (CH₃COONa 0,2 M) | Acido Acético 0,2 M (CH₃COOH 0,2 M) |
|-----------|---|---|
| 3.6 | 0.75 | 9.25 |
| 3.8 | 1.20 | 8.80 |
| 4.0 | 1.80 | 8.20 |
| 4.2 | 2.65 | 7.35 |
| 4.4 | 3.70 | 6.30 |
| 4.6 | 4.90 | 5.10 |
| 4.8 | 5.90 | 4.10 |
| 5.0 | 7.00 | 3.00 |
| 5.2 | 7.90 | 2.10 |
| 5.4 | 8.60 | 1.40 |
| 5.6 | 9.10 | 0.90 |
| 5.8 | 9.40 | 0.60 |

**Solubilidad de oxígeno en agua de mar
(Concentración de cloruros 20,000 mg/L)**

| Temperatura °C | Solubilidad mg/L | Temperatura °C | Solubilidad mg/L |
|-----------------------|-------------------------|-----------------------|-------------------------|
| 0 | 11.41 | 16 | 7.91 |
| 1 | 10.11 | 17 | 7.78 |
| 2 | 10.83 | 18 | 7.61 |
| 3 | 10.56 | 19 | 7.47 |
| 4 | 10.30 | 20 | 7.33 |
| 5 | 10.05 | 21 | 7.20 |
| 6 | 9.82 | 22 | 7.07 |
| 7 | 9.59 | 23 | 6.95 |
| 8 | 9.37 | 24 | 6.83 |
| 9 | 9.16 | 25 | 6.71 |
| 10 | 8.96 | 26 | 6.60 |
| 11 | 8.77 | 27 | 6.49 |
| 12 | 8.58 | 28 | 6.38 |
| 13 | 8.41 | 29 | 6.28 |
| 14 | 8.24 | 30 | 6.18 |
| 15 | 8.07 | | |

EQUIPOS DE MEDICIÓN

A. Multímetro o multitester

Es un equipo de medición y control, capaz de medir la tensión alterna y continua, corriente continua y resistencia

Un equipo básico debe tener las siguientes especificaciones

1 impedancia de entrada $\geq 20,000 \Omega/V$

2 campos de medición

Voltaje de corriente alterna 0,3, 1, 2, 3, 12, 30, 120, 600, 1220 v

Voltaje continua 30 μ , 1, 2 m, 30 m, 600 mA

Resistencia Rangos $\times 1$, $\times 10$, $\times 100$, $\times 1K$ máximo 10k, 100k, 1 m, 10 m Ω

Corriente de carga 30 mA, 3mA, 300 μ A, 30 μ A

3 Baterías

1,5 v (AA) $\times 2$ para la medición de resistencias

4 Tolerancias

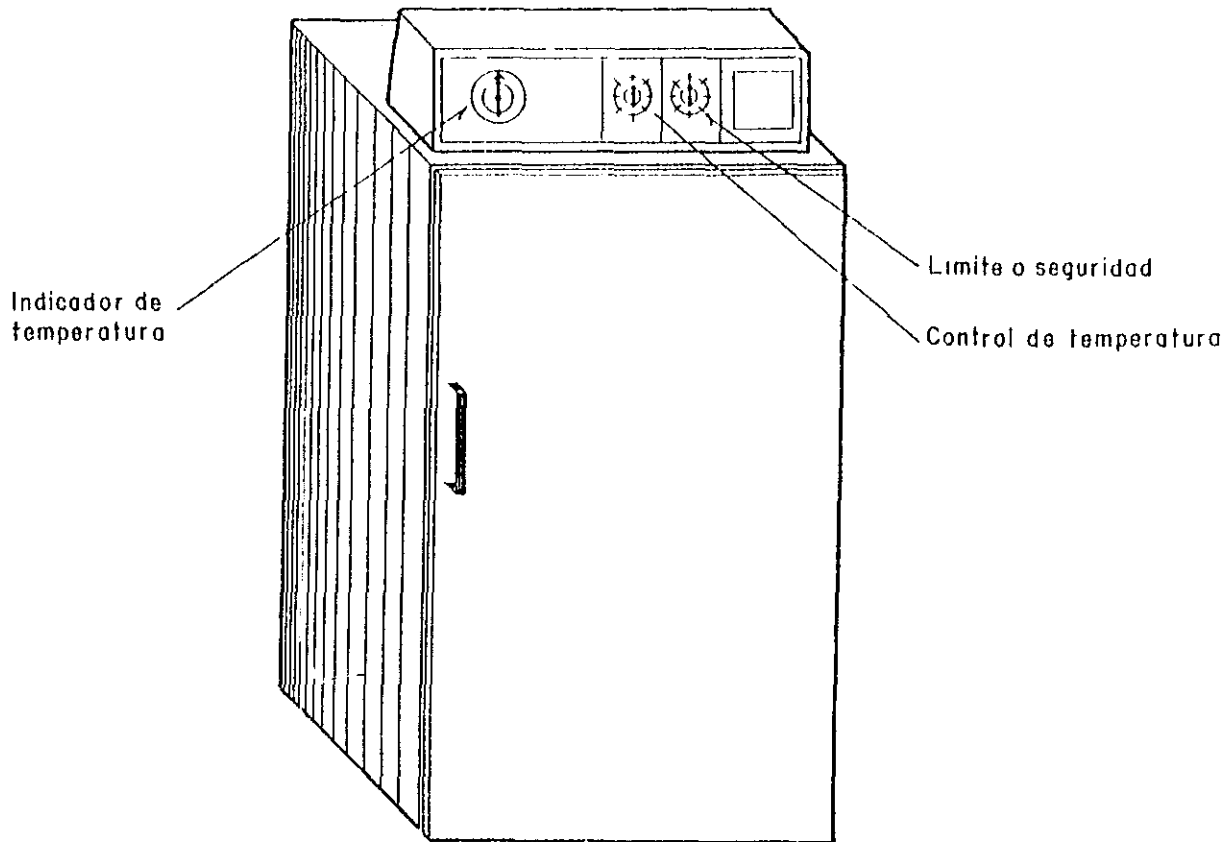
Margen de $\pm 2\%$ del máximo valor de la escala para los rangos de corriente

Margen de $\pm 3\%$ de máximo valor de la escala para los rangos de corriente alterna

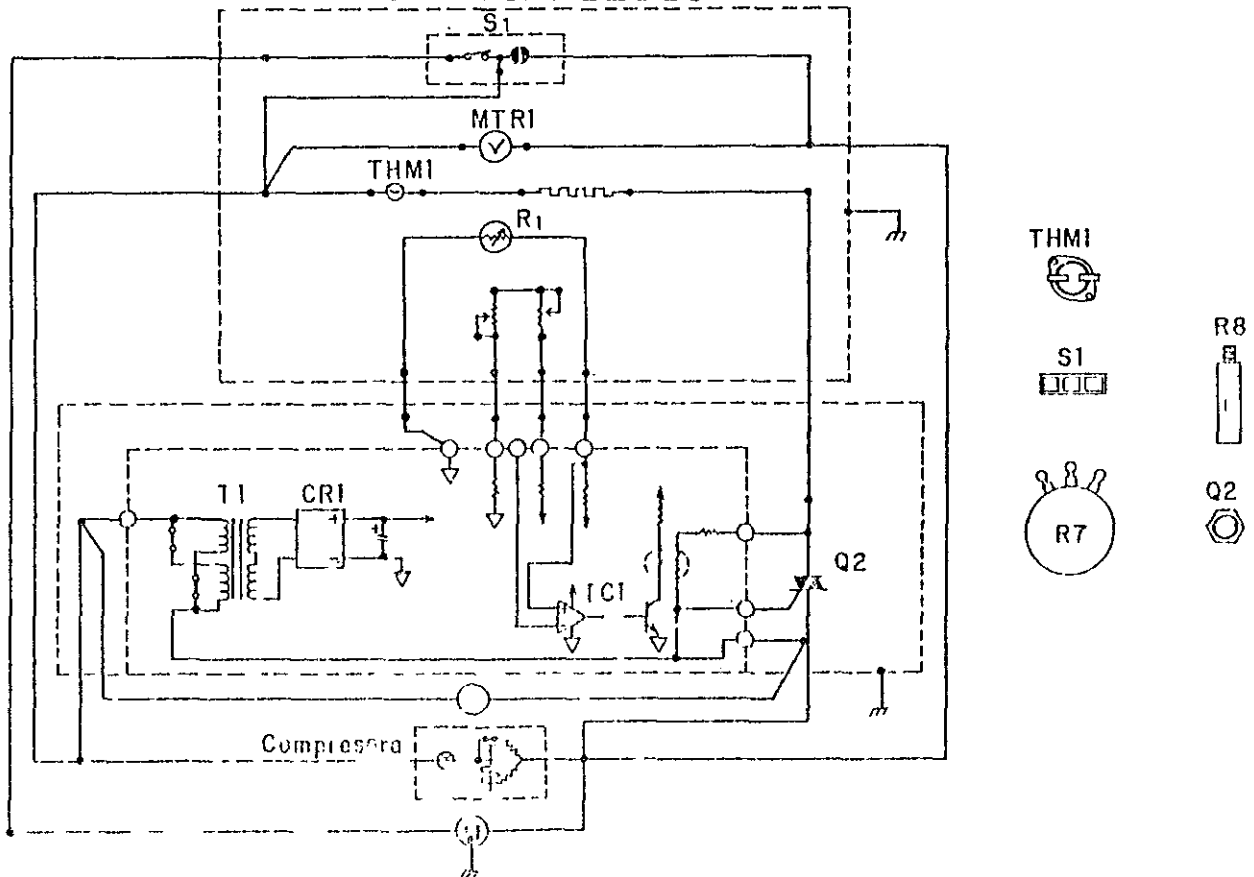
Margen de $\pm 2\%$ del arco para los rangos de ohmio

B. Amperímetro

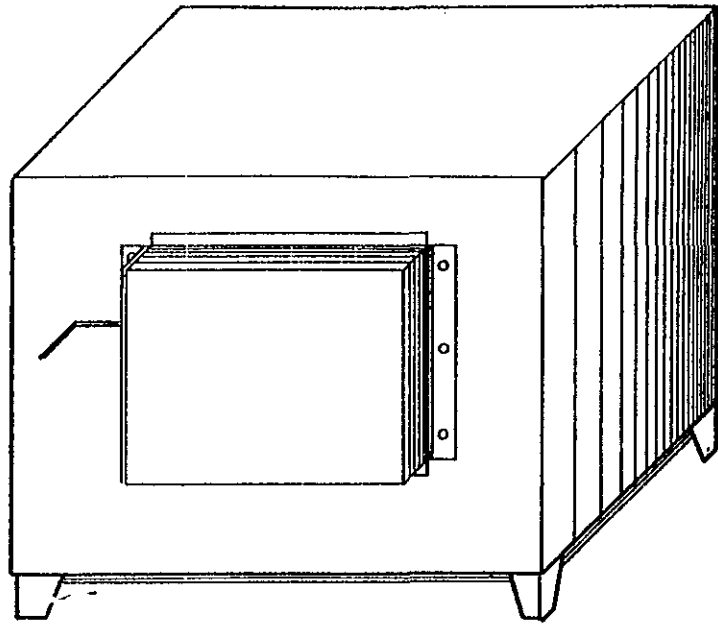
Es un equipo de medición complementario para medir corriente alterna y específicamente para verificar las cargas de las líneas que alimentan la tensión a los equipos



INCUBADORA DE DBO

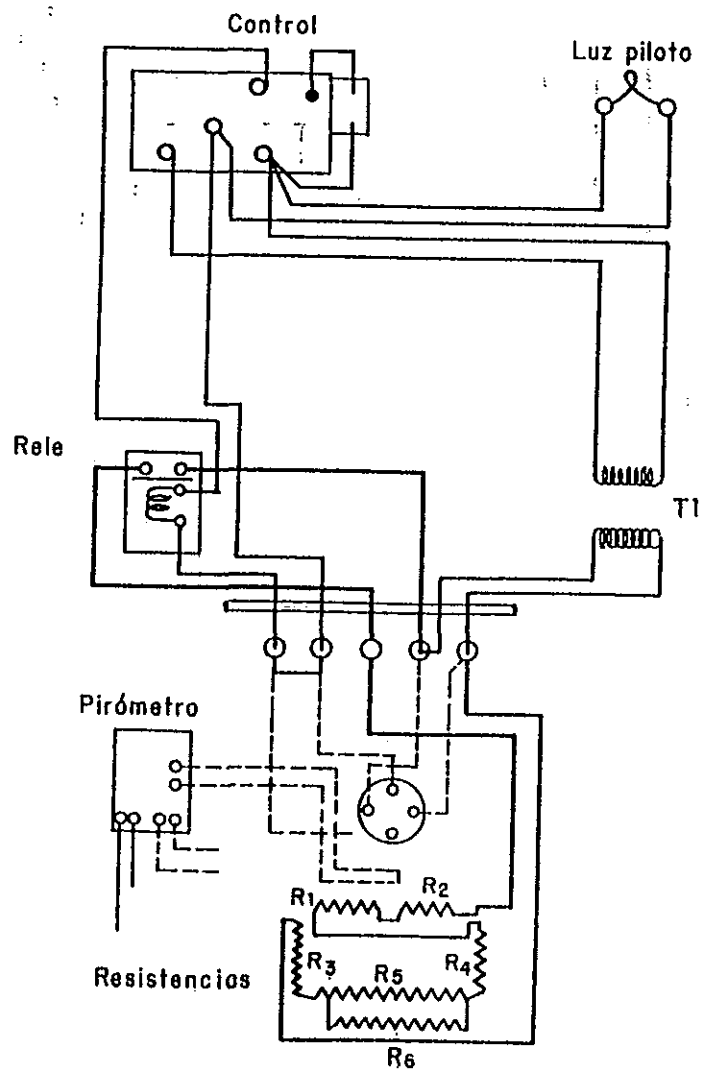
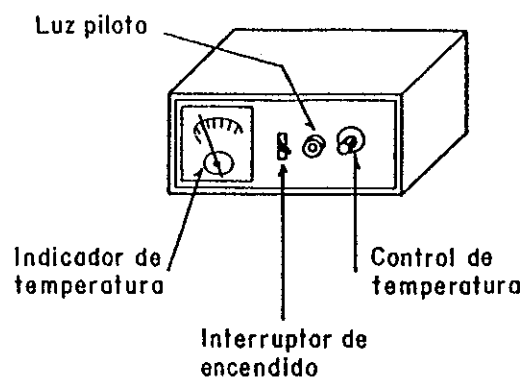


CIRCUITO ELÉCTRICO



MUFLA

CAJA DE CONTROL



CIRCUITO ELÉCTRICO

**MANUAL DE
SEGURIDAD
EN EL
LABORATORIO**

INDICE

| | PAG |
|--|-----|
| INTRODUCCIÓN | i |
| 1 BUENAS PRÁCTICAS DE LABORATORIO | 2 |
| 1 1 GENERALIDADES | 2 |
| 1 2 ALMACENAMIENTO | 2 |
| 1 3 EQUIPOS DE EMERGENCIA | 2 |
| 1 4 SERVICIOS TEMPORALES | 2 |
| 1 5 DISPOSICIÓN | 2 |
| 1 6 SALIDAS | 2 |
| 1 7 ALIMENTOS | 2 |
| 1 8 SEÑALES | 2 |
| 1 9 VENTILACIÓN | 3 |
| 1 10 TRABAJO SOLITARIO Y FUERA DEL HORARIO NORMAL | 3 |
| 1 11 SUSTANCIAS QUÍMICAS | 3 |
| 2 SEGURIDAD INTERNA | 3 |
| 2 1 EQUIPOS DE PROTECCIÓN | 3 |
| 2 1 1 EQUIPOS DE PROTECCIÓN PERSONAL | 3 |
| 2 1 1 1 LENTES O GAFAS DE SEGURIDAD | 3 |
| 2 1 1 2 GUANTES | 3 |
| 2 1 1 3 ZAPATOS | 4 |
| 2 1 2 OTROS EQUIPOS DE PROTECCIÓN | 4 |
| 2 1 2 1 LAVA - OJOS | 4 |
| 2 1 2 2 DUCHAS DE EMERGENCIAS | 4 |
| 2 1 2 3 CAMPANAS EXTRACTORAS DE GASES | 4 |
| 2 1 2 4 EQUIPOS CONTRA INCENDIOS | 4 |
| 3 MANIPULACIÓN DE MATERIAL DE VIDRIO O CRISTALERÍA | 4 |
| 3 1 GENERALIDADES | 4 |
| 3 1 1 DISPOSICIÓN | 4 |
| 3 1 2 ALMACENAMIENTO Y LAVADO | 4 |
| 3 1 3 SELECCIÓN DE LA CRISTALERÍA | 5 |
| 3 1 4 CONEXIONES DE VIDRIO Y HULE O CORCHO | 5 |
| 3 1 5 CALENTAMIENTO | 5 |
| 3 1 6 CRISTALERÍA BAJO PRESIÓN O VACÍO | 5 |
| 3 1 7 SUPERFICIES UNIDAS VIDRIO - VIDRIO | 5 |
| 4 PELIGRO DE INCENDIO | 5 |
| 4 1 PROCESO DE IGNICION | 5 |
| 4 1 1 MATERIALES INFLAMABLES | 5 |
| 4 1 2 FUENTES DE IGNICIÓN | 6 |

| | | |
|---------|--|----|
| 4 1 4 | EXTINTORES DE FUEGO | 6 |
| 4 1 4 1 | FUEGOS DE CLASE A | 6 |
| 4 1 4 2 | FUEGOS DE CLASE B | 6 |
| 4 1 4 3 | FUEGOS DE CLASE C | 6 |
| 4 1 4 4 | FUEGOS DE CLASE D | 6 |
| 4 1 4 5 | EXTINTORES MULTI PROPÓSITO | 7 |
| 5 | PELIGRO DE SUSTANCIAS QUÍMICAS | 7 |
| 5 1 | MEDIDAS PREVENTIVAS | 7 |
| 5 1 1 | EQUIPOS DE PROTECCIÓN | 7 |
| 5 1 2 | REGLAS GENERALES | 7 |
| 5 1 3 | SUSTANCIAS TÓXICAS | 7 |
| 5 1 3 1 | SUSTANCIAS CORROSIVAS | 8 |
| 5 1 3 2 | LÍQUIDOS CORROSIVOS | 8 |
| 5 1 3 3 | SÓLIDOS CORROSIVOS | 8 |
| 5 1 3 4 | GASES CORROSIVOS | 8 |
| 5 1 3 5 | SOLVENTES INFLAMBLES | 9 |
| 5 1 4 | MEDIDAS DE CONTROL | 9 |
| 5 1 5 | SUSTANCIAS QUÍMICAS REACTIVAS | 9 |
| 5 1 6 | PELIGROS DE DERRAME DE TÓXICOS | 9 |
| 5 1 7 | PELIGROS NO PERCIBIDOS | 9 |
| 6 | PELIGROS FÍSICOS | 10 |
| 6 1 | GENERALIDADES | 10 |
| 6 1 1 | PELIGROS ELECTRÓNICOS | 10 |
| 6 1 1 1 | INSTRUMENTOS Y MAQUINAS | 11 |
| 6 1 1 2 | EQUIPOS ELECTRÓNICOS | 11 |
| 6 1 1 3 | ESTUFAS Y MUFLAS | 11 |
| 6 1 2 | PELIGROS DE ALTA Y BAJAS PRESIONES | 11 |
| 6 1 2 1 | DISPOSITIVOS DE PRESIÓN | 11 |
| 7 | SEGURIDAD EXTERNA | 11 |
| 7 1 | DISPOSICIÓN DE LOS DESECHOS DE LABORATORIO | 11 |
| 7 1 1 | GENERALIDADES | 11 |
| 7 1 2 | DESECHOS QUÍMICOS | 11 |
| 7 2 | MONITOREO DE LA SALUD Y AMBIENTE | 12 |
| 7 2 1 | MONITOREO DEL AMBIENTE DE TRABAJO | 12 |
| 7 2 2 | MONITOREO DE LA SALUD | 12 |
| ANEXOS | | |

INTRODUCCION

Se ha observado muy a menudo que muchos de los accidentes que ocurren en los centros de trabajo y específicamente en el laboratorio, se deben muchas veces a descuidos del personal que labora en él, pero aun es más frecuente por la falta de conocimientos de las mínimas normas de seguridad que se deben tener con el equipo, reactivos y materiales de trabajo. Es por ello que la siguiente sección del manual describe algunas prácticas de laboratorio que el personal debe saber y no pasar por alto, desde el momento que entra a formar parte del personal del laboratorio.

1. BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIO

1.1 GENERALIDADES

El personal que trabaja en un laboratorio debe tomar conciencia de los peligros a los que esta expuesta, por consiguiente debe mantener una conducta estable y coherente para evitar poner en peligro su salud, su integridad física y la de sus compañeros de trabajo

1.2 ALMACENAMIENTO

Los estantes y repisas deben ser de uso exclusivo para los equipos y materiales usados regularmente

Se debe evitar la sobrecarga de objetos metálicos o cajas con botellas de gran capacidad

Los objetos pesados o peligrosos deben colocarse en los niveles bajos, de los almacenes correspondientes a ácidos, solventes, reactivos y en el almacén general

1.3 EQUIPOS DE EMERGENCIAS

Las áreas circundantes del lava-ojos, duchas de emergencias, extintores de incendios y los tableros eléctricos deben estar libres y tener acceso directo

1.4 SERVICIOS TEMPORALES

Los cables de extensión y mangueras se dejarán en el piso del laboratorio solo durante un arreglo temporal y deberán ser retirados tan pronto como sea posible

1.5 DISPOSICIÓN

Se debe disponer de contenedores separados apropiadamente rotulados para la disposición de los residuos de las distintas áreas. El procedimiento de disposición y posterior eliminación varía de acuerdo a la procedencia y características del residuo, se tomarán en cuenta las normas establecidas para cada caso. Cuando haya duda respecto a la disposición de determinado residuo se debe consultar con la persona responsable del área

1.6 SALIDAS

Todas las salidas del área se deben mantener libres e identificadas para asegurar una ruta de evacuación segura en caso de emergencias, ej. Alarma de fuego, sismos, etc

1.7 ALIMENTOS

Esta completamente prohibido fumar, beber, comer o preparar alimentos en el laboratorio y no se debe almacenar comida en las refrigeradoras del laboratorio

1.8 SEÑALES

Se deben colocar señales de advertencia en todo lugar donde pueda existir mayor riesgo que el usual, debido a elementos tóxicos, gases comprimidos, radiación, experimentos peligrosos, etc

Además, se deben colocar signos de obligatoriedad de uso de dispositivos, equipos y protección personal en los ambientes con mayor riesgo

1.9 VENTILACIÓN

Las reacciones químicas peligrosas se deben efectuar bajo campanas de extracción de gases

Debe existir buena ventilación en todas las áreas del laboratorio

En los lugares con mayor riesgo a gases se deben instalar extractores de aire que permitan optimizar la circulación y renovación de aire

1.10 TRABAJO SOLITARIO Y FUERA DEL HORARIO NORMAL

El trabajo solitario en un laboratorio no es aconsejable. Fuera de las horas regulares de trabajo, la necesidad o urgencia de un trabajo y el peligro asociado con la operación debe ser evaluado y aprobado por el jefe del laboratorio. Ninguna persona, puede quedarse fuera del horario normal de trabajo si no está acompañada por un funcionario acreditado del laboratorio

1.11 SUSTANCIAS QUÍMICAS

Se debe evitar almacenar gran cantidad de sustancias químicas en los lugares de trabajo. Solo se debe mantener un frasco o recipiente de un reactivo o solvente en el laboratorio, los duplicados se ubicarán en sus respectivos almacenes, todos los solventes ácidos y bases deben transportarse en sus recipientes de seguridad y con las debidas medidas de protección personal

2. SEGURIDAD INTERNA

Son las acciones que se toman para proteger al individuo dentro del laboratorio frente a los riesgos potenciales que podrían ocasionar sus acciones. El personal debe conocer los riesgos que corre y el equipo de protección con que se cuenta para hacer uso de ellos

2.1 EQUIPOS DE PROTECCION

2.1.1 Equipos de protección personal

2.1.1.1 Lentes o gafas de seguridad

Se deben usar lentes o gafas de seguridad en todas las áreas del laboratorio. Estas deben tener los vidrios claros de manera que permitan una visión amplia y una protección completa alrededor de los ojos. No se aconseja el uso de lentes de contacto debido a que los ácidos, solventes y otros químicos pueden quedar atrapados detrás de los lentes ocasionando daño al globo ocular. Cuando los lentes o gafas de seguridad no son suficiente protección, se deben usar caretas o mallas de seguridad

2.1.1.2 Guantes

Los guantes de protección deben usarse cuando se está manipulando productos químicos, tóxicos o corrosivos y también en toda acción con riesgo de quemaduras por agentes físicos como el calor. Se usarán los guantes apropiados para el uso de solventes, ácidos, plaguicidas o componentes orgánicos, lavado de material, no así el material caliente, etc

2.1.1.3 Zapatos

Se deben usar zapatos cerrados, debido a los riesgos de derrame de sustancias químicas o debido a accidentes físicos. Evitar en todo momento el uso de sandalias o zapatos abiertos.

2.1.2 Otros equipos de protección

2.1.2.1 Lava- ojos

Las estaciones de lava – ojos se instalan en todo laboratorio donde se manipulan ácidos, álcalis, solventes o tóxicos. Suministran agua mezclada con aire, produciendo un chorro delicado para lavar el globo ocular. En caso de emergencia, se debe ubicar cerca al lavadero o junto a las duchas de emergencia.

2.1.2.2 Duchas de emergencias

Son importantes en la seguridad del laboratorio y pueden ser usadas en accidentes que incluyen ácidos y otros líquidos dañinos y cáusticos, así como fuego en la ropa y otras emergencias.

Una ducha de emergencia se debe ubicar en el laboratorio físico químico y otra cerca de la destilación de solventes. El personal debe estar familiarizado con su operación. Se debe verificar su funcionamiento regular.

2.1.2.3 Campanas extractoras de gases

Todas las actividades del laboratorio que producen polvos tóxicos, vapores o humos, deben ser llevadas a cabo bajo una campana extractora de gases que expulse los humos nocivos y provea al trabajador de un ambiente seguro.

2.1.2.4 Equipos contra incendios

Los extintores contra incendios se localizan convenientemente en los ambientes del laboratorio, de acuerdo a las sugerencias del comité de defensa civil (ver anexo D), la frazada antifuego se debe colocar cerca del área de destilación de solvente. Todo el personal debe estar familiarizado con su operación.

3. MANIPULACION DEL MATERIAL DE VIDRIO O CRISTALERÍA

3.1 GENERALIDADES

Las prácticas de seguridad que incluyen el uso de protección de los ojos y la cara son necesario para prevenir heridas cuando se manipula material de vidrio.

3.1.1 Disposición

El material de vidrio roto o deteriorado no debe ser dispuesto en los recipientes designados para basura u otros desechos del laboratorio. Se debe tener un recipiente especial, apropiadamente rotulado, para disponer el material de vidrio inservible.

3.1.2 Almacenamiento y lavado.

El vidrio y los materiales de vidrio limpios deben ser almacenados en los gabinetes y cajones especialmente designados y rotulados, luego de usar este material, se colocará en

las áreas designadas para su lavado, próximo a los lavaderos, cuidando de no dejarlos al borde de las mesas

3.1.3 Selección de la cristalería

Cuando se selecciona la cristalería se debe tener la seguridad de que es la que corresponde al tipo de trabajo planificado

No se debe utilizar, sin autorización, la cristalería dispuesta para un determinado uso, ejemplo los procedimientos de lavado de materiales de cristalería para cromatografía demoran horas y, a veces, días de preparación con el consiguiente costo de materiales y mano de obra

3.1.4 Conexiones de vidrio, hule o corcho

Se debe seleccionar el tamaño correcto de las conexiones, de manera que puedan ser conectadas sin mucha fuerza. Las tapas de vidrio se pueden mojar (con agua o glicerina)

Se debe usar una protección apropiada para manos y ojos. Se debe tener extremo cuidado al remover un tubo o varilla de vidrio que esta trabada en un tapón de hule

3.1.5 Calentamiento

Se debe tener la seguridad de que el tipo de vidrio soporte la temperatura que se le esta aplicando

3.1.6 Cristalería bajo presión o vacío

Los dispositivos de vidrio o presión se deben proteger en caso que ocurra un accidente

3.1.7 Superficie unidas vidrio - vidrio

Cuando se efectúan intentos para separarlos, se debe tener extremo cuidado y paciencia, además de protegerse las manos. Se recomienda usar vidrio - teflon u otra alternativa para reducir el peligro

4. PELIGRO DE INCENDIOS

4.1 PROCESO DE IGNICION

La ignición se produce cuando coinciden tres componentes: combustible, oxidantes (aire) y fuente de ignición. Estos componentes forman el llamado triángulo del fuego. Para que se produzca el fuego, todos los lados de este triángulo deben estar presentes en una concentración suficiente. La fuente de ignición no necesita estar en forma de llama o chispa, ya que la temperatura sola puede suministrar esa energía

4.1.1 Materiales inflamables

En un laboratorio hay muchos materiales inflamables. Los más comunes son el papel, madera y la mayoría de solventes. Los menos comunes son los plásticos, ciertos ácidos y los muebles. Muchos compuestos que no se queman emiten humos tóxicos cuando se derriten

4.1.2 Fuente de ignición

Una llama abierta es la fuente de ignición más común otros dispositivos que generan suficiente calor para poner en ignición los materiales inflamables son las mantas eléctricas, mecheros eléctricos y los dispositivos de calentamiento de ciertos instrumentos

4.1.3 Agentes oxidantes

Los oxidantes, a pesar de no ser combustibles, pueden aumentar la temperatura de ignición de los materiales inflamables y producir fuego de manera más violenta que la normal

4.1.4 Extintores de fuego

Los tipos de extintores que se usan deben corresponder al tipo de fuego

4.1.4.1 Fuego de clase A

Son los que ocurren con materiales sólidos como la madera, el papel y la viruta de madera

La acción de sofocación y de enfriamiento del agua o de soluciones que la contengan en porcentaje altos son de importancia principal en esta clase de fuegos Hay polvos químicos secos especiales que extinguen rápidamente las llamas y forman una capa que retrasa la combustión Si es necesario una extinción total, se recomienda continuar con agua o con otros agentes de la clase A Los extintores de clase A se usan en fuegos de materiales corrientes y deben identificarse con un triángulo que contenga la letra "A" Y este triángulo debe ser de color verde

4.1.4.2 Fuego de clase B

Son los que ocurren debido a la presencia de una mezcla de vapor aire sobre la superficie de un líquido inflamable, como gasolina, aceite, grasa, pinturas y algunos disolventes Los chorros de agua favorecen la propagación del fuego, estos extintores son apropiados para fuegos de líquidos, gases inflamables y se identifican con un cuadrado con la letra "B" de color rojo

4.1.4.3 Fuego de clase C

Son los que ocurren en equipos eléctricos, se deben usar agentes extintores no conductores El polvo seco, el anhídrido carbónico y los líquidos evaporables son agentes extintores aptos para este fuego No deben usarse espuma ni chorro de agua, ya que son agentes conductores de la electricidad.

Los extintores C, son apropiados para incendios de equipos e instalaciones de energía eléctrica Estas deben identificarse con un círculo con la letra "C " que debe ser de color azul

4.1.4.4 Fuego de clase D

Ocurren en metales combustibles como el magnesio, titanio, circonio, litio y sodio se clasifican como de clase D Los extintores de este tipo se identifican con una estrella de cinco puntas con la letra "D", y el color de la estrella debe ser amarilla

4.1.4.5 Extintores multipropósito

Los extintores como el halón 1211 tiene acción eficaz sobre los diferentes tipos de fuego, evitando de esta manera la confusión para decidir que tipo de extintor usar en el caso de una emergencia

5. PELIGRO DE SUSTANCIAS QUIMICAS

5.1 MEDIDAS PREVENTIVAS

La exposición a productos químicos pueden causar daño a los ojos, piel o al sistema respiratorio La ingestión oral es inusual, una vez en la mucosa, sin embargo, la sustancia tóxica puede encontrar su curso en el tracto digestivo y en el torrente sanguíneo Ya sea por inhalación o ingestión, la sustancia tóxica puede mostrar efectos fisiológicos adversos en el hígado, cerebro o sangre

5.1.1 Equipo de protección

El equipo de protección mínimo, en general, son los lentes de seguridad, el guardapolvo y las mascararas de seguridad

5.1.2 Reglas generales

Estar alerta a olores inusuales cuando se trata de gases En caso de duda, salir del laboratorio a tomar aire fresco o emplear mascararas de seguridad hasta mejorar la ventilación

Si se detecta un sabor extraño, lavarse con abundante agua la boca y la cara

Si la piel se irrita, utilizar abundante agua Si es ácido, neutralizar con bicarbonato de sodio diluido y si es una base, con ácido acético

Si los ojos se irritan, utilizar el lava ojos por 15 minutos y procurar inmediatamente atención médica

Conocer la toxicología de las sustancias que se usan, como almacenarlas, manipularlas y que hacer en caso de envenenamiento tóxico

Conocer la ubicación y el uso de los antídotos y neutralizadores

Aislar los químicos reactivo y almacenarlos en un aire frío y seco, protegidos de la luz solar

Proteger los reactivos químicos y cuidar especialmente de los golpes a los explosivos

Leer los avisos de advertencias preventiva en las etiquetas de los químicos peligrosos

No pipetear los químicos con la boca.

Rotular con fecha y nombre las soluciones de uso cotidiano en el laboratorio

5.1.3 Sustancias tóxicas

Una sustancia química tiene el potencial de dañar, por acción química directa, al sistema corporal Las sustancias tóxicas pueden causar efectos que producen una sustancia en el cuerpo y la exposición puede ser a través de contacto directo, inhalación, ingestión o penetración La toxicidad sistémica es el efecto de una sustancia sobre el tejido corporal, luego de la absorción en el torrente sanguíneo a través de la piel, estomago o pulmón Las sustancias tóxicas se pueden clasificar en

5.1.3.1 Sustancias corrosivas

Estas pueden reaccionar con los materiales circundantes y liberar vapores cáusticos, tóxicos e inflamables

5.1.3.2 Líquidos corrosivos

La concentración y duración de la exposición determinan el grado del daño. Se consideran a continuación algunos líquidos corrosivos típicos de muchos laboratorios

| ACIDOS MINERALES | BASES FUERTES (soluciones) |
|-------------------------|-----------------------------------|
| Acido clorhídrico | Hidróxido de sodio |
| Acido fluorhídrico | Hidróxido de potasio |
| Acido nítrico | Hidróxido de amonio |
| Acido sulfúrico | Hidróxido de amonio cuaternario |
| Acido acético | |
| OTROS | |
| Hidrocarburos clorados | |
| Fenol líquido | |

5.1.3.3 Sólidos corrosivos

Los efectos dependen de su solubilidad en la humedad y de la duración del contacto. Se deben considerar las propiedades corrosivas intrínsecas y el calor producido por la solución. Los sólidos corrosivos son:

| BASES O ALCALIS CAÚSTICOS | ELEMENTOS Y SALES |
|----------------------------------|--------------------------|
| Hidróxidos alcalinos | Metales alcalinos |
| Carbonatos alcalinos | Fósforo |
| Sulfuros alcalinos | Sales de antimonio |
| | Sales de arsénico |
| | Sales de cromo |
| | Sales de mercurio |
| | Fosfato trisódico |
| | Fenol |

5.1.3.4 Gases corrosivos

Los gases son absorbidos en el cuerpo por disolución de la humedad de la piel y por inhalación. Los gases se agrupan generalmente por su solubilidad y su efecto en el sistema respiratorio, ejemplo: amoníaco, cloro, ozono, dimetil sulfato y éteres clorados.

5.1 3.5 Solventes inflamables

Estos se deben almacenar separados de las sustancias reactivas, tales como los oxidantes, ejemplo ácido nítrico. Deben estar en un área ventilada para prevenir la generación de vapor. Al manipular o usar solventes, hacerlo bajo una campana extractora de gases.

5 1 4 Medidas de control

Aislar los solventes de los químicos reactivos

Mantener un stock reducido en un área ventilada, a una temperatura máxima de 25 °C

Cuando se almacenan en refrigeradora, éstas deben ser a prueba de chispas

Tener un carrito para el transporte de sustancias químicas en envases grandes

Tener suficientes extintores y eliminar las fuentes de ignición

5.1 5 Sustancias químicas reactivas

Son sustancias que, bajo ciertas condiciones, reaccionan violentamente generando grandes cantidades de calor, luz, gases (inflamables o no) o tóxicos que pueden causar daños al ambiente o a las personas. Estas sustancias se pueden dividir en cuatro grupos, dependiendo de la naturaleza de su reactividad.

- a) **Explosivos:** Ejemplo percloratos, componentes aromáticos del nitrógeno, peróxido de éter, ácido picrico, etc
- b) **Sustancias oxidantes y reductoras:** Las reacciones de óxido – reducción pueden ocurrir en cualquiera de los tres estados físicos y las reacciones tienden a generar calor y son frecuentemente explosivas. Ejemplo persulfatos, fósforo, peróxido orgánico y azidas
- c) **Sustancias activas con el agua:** Reaccionan violentamente con el vapor y humedad para crear calor o gases explosivos e inflamables, ejemplos anhídridos ácidos y los metales alcalinos (Li, Na, K, Co)
- d) **Sustancias activas con ácidos:** reaccionan con los ácidos y los humos de los ácidos para generar calor, hidrógeno, gases explosivos o inflamables y tóxicos, ejemplo metales alcalinos, carburos, cianuros, sulfuros

5.1.6 Peligro de derrame de tóxicos

Si un tóxico, como la solución de NaCN se derrama, su limpieza representa un peligro para cualquier persona.

En el caso de derrame de ácidos, cubrir el área con arena. No se debe desechar al desagüe la sustancia tóxica se debe usar un material absorbente y transferirlo a bolsas plásticas selladas y etiquetadas u otro recipiente apropiado.

5.1.7 Peligros no percibidos

Son condiciones dentro del laboratorio que representan un peligro potencial para la salud porque generalmente pasan desapercibidos e ignorados. Pueden causar efectos locales o

crónicos, dependiendo de la naturaleza de las sustancias. Los peligros no percibidos más comunes son causados por mercurio, solventes carcinógenos tales como el benceno, tetracloruro de carbono y disulfuro de carbono.

6. PELIGROS FISICOS

6.1 GENERALIDADES

Para evitar los peligros que conlleva el uso de los equipos de laboratorio, se recomienda leer los procedimientos de operación y mantenimiento de los fabricantes antes de empezar a operar un equipo.

Asegurar un espacio de trabajo adecuado y buena visibilidad.

Cumplir regularmente las instrucciones del mantenimiento, de acuerdo a las recomendaciones de los fabricantes.

6.1.1 Peligros Electrónicos

Los equipos electrónicos deben ser operados, usados, reparados o mantenidos, de acuerdo con los estándares o normas de internacionales y nacionales. Se recomienda:

No modificar o reparar cualquier equipo, a no ser que esté calificado para tal propósito.

Tratar todos los equipos electrónicos como si estuvieran conectados.

No tocar el equipo que otra persona está utilizando ni los dispositivos electrónicos de control, a menos que esté instruido para tal efecto.

Hacer uso mínimo de los cordones de extensión. Asegurarse que el aislamiento y el diámetro del alambre de los cordones de extensión sean los adecuados para el voltaje y la corriente que llevan.

No manipular los equipos electrónicos cuando se tienen las manos, pies o cuerpo húmedo o sudoroso o cuando se esté parado sobre un piso húmedo.

Desconectar los equipos que producen chispas y reportar inmediatamente al encargado para que lo revise. Los cortocircuitos pueden ser extremadamente peligrosos, especialmente si hay contacto con el chasis metálico de una campana extractora o con el piso húmedo.

No intentar corregir una avería al insertar otro fusible.

Reemplazar o reparar inmediatamente los cables, cordones o enchufes dañados.

Evitar sobrecargar los tomacorrientes con muchos dispositivos electrónicos.

Asegurarse que el interruptor de encendido esté en posición de apagado antes de conectar el equipo.

6.1.1.1 Instrumentos y máquina

Consultar el manual de operación antes de usar un equipo que le es familiar.

Observar las limitaciones del equipo y no usarlo para un trabajo para el cual no ha sido diseñado.

6.1.1.2 Equipos electrónicos

Seleccionar el equipo adecuado para el uso que ha sido diseñado. Seguir las instrucciones del fabricante para su instalación apropiada. Las recomendaciones adicionales son:

Tener fusibles y protección de bajo voltaje en los equipos, en el caso de una falla de tensión

Tener interruptores limitantes de presión y temperatura en los autoclaves y otros equipos para prevenir sobrepresión y sobrecalentamiento

Aislar los equipos electrónicos y conectarlos convenientemente a tierra

6.1 1.3 Estufas y muflas

Abrir las estufas o muflas sólo cuando se tiene equipo apropiado de protección personal

Aislar las superficies calientes y colocar avisos de advertencia para evitar que el personal toque los equipos o materiales calientes

Usar el equipo de protección adecuado, ejemplo, lentes o caretas, cuando se trabaja con temperaturas muy altas

Usar pinzas largas para manipular los objetos calientes

6.1.2 Peligros de altas y bajas presiones

6.1.2.1 Dispositivos de presión

Los dispositivos de presión deben ser mantenidos en buenas condiciones operativas, probar periódicamente su presión y operarlos de acuerdo a sus especificaciones

Cualquier recipiente sellado puede llegar a ser un dispositivo de presión El calor puede ser causado por reacción química (H_2SO_4 o $NaOH$), la que puede ocasionar que explote el recipiente o libere vapores de químicos corrosivos a través de un agujero La formación de gases químicos o bioquímicos pueden causar el mismo efecto

Lodos orgánicos o biológicos, cuando se dejan en botellas cerradas pueden explotar violentamente, por ello, las tapas de las botellas deben dejarse semiabiertas para su almacenamiento

Los solventes de bajo punto de ebullición como el benceno o metanol Pueden generar considerable presión a temperaturas moderadas

7. SEGURIDAD EXTERNA

7.1 DISPOSICION DE LOS DESECHOS DEL LABORATORIO

7.1.1 Generalidades

Todos los desechos deben ser dispuestos de tal manera que no causen daño a las personas, cosas o al ambiente Los desechos del laboratorio pueden estar divididos en los siguientes tipos químicos, biológicos, muestras, cristalería rota y basura

7.1.2 Desechos químicos

Muchas sustancias peligrosas en cantidades relativamente pequeñas pueden ser inocuas y por lo tanto, pueden disponerse en el alcantarillado La conversión del tóxico cromo hexavalente al menos tóxico hidróxido de cromo trivalente y los cianuros a cianatos, representan ejemplos típicos Otros desechos que por su volumen y grado de contaminación no pueden disponerse en el alcantarillado deben ser tratados individualmente mediante procesos de minimización de afluentes, previo estudio y pruebas

efectuadas por el personal del laboratorio. El supervisor de seguridad planificará su disposición, almacenamiento y rotulación adecuadas. Ejemplo de estos desechos son los correspondientes a los análisis de plaguicidas, análisis de demanda química de oxígeno, y de bifenilos policlorados (PCBs).

7.2 MONITOREO DE LA SALUD Y EL AMBIENTE

7.2.1 Monitoreo del ambiente de trabajo

Previamente se describieron las precauciones que se deben tomar en cuenta para controlar la exposición a los riesgos químicos, físicos y biológicos. Estas precauciones, sin embargo, no proveen protección contra las exposiciones del bajo nivel por largo tiempo de los agentes que poseen un riesgo crónico.

7.2.2 Monitoreo de la salud

El propósito de una evaluación periódica de la salud es aplicar un procedimiento tal de encontrar incapacidades, enfermedades, o ciertas limitaciones físicas que puedan afectar el desempeño del personal en el laboratorio, el principal objetivo de estas evaluaciones es evitar al personal del laboratorio, sobre una base médica, exposiciones futuras a ciertos agentes de riesgo. Por ejemplo a las mujeres gestantes que trabajan con sustancias teratogénicas, se les aconseja consultar al oficial del laboratorio para que les encuentre un trabajo alternativo, ya que los valores límites de umbral aceptados pueden ser inadecuados para proteger a la mujer embarazada o al feto.

ANEXOS

ANEXO N°1

PRIMEROS AUXILIOS EN LOS ACCIDENTES DE LABORATORIO

Accidentes de laboratorio

Los accidentes en el laboratorio pueden ser causados por ácidos, álcalis, sustancias tóxicas, calor, vidrios rotos y equipos eléctricos con averías

Las consecuencias causadas por estos accidentes y las acciones a tomar son

1. Quemaduras por ácidos (ácido nítrico, sulfúrico, clorhídrico y tricloroacético)

1.1 Salpicaduras de ácidos en la piel

Lavar la parte afectada con abundante agua

Lavar la piel afectada con algodón empapado en una solución acuosa de carbonato de sodio al 5%

Llevar al accidentado a la clínica mas cercana para su pronta atención médica

1.2 Salpicaduras de ácidos en los ojos

lavar los ojos inmediatamente en el lava- ojos

poner 4 gotas de la solución acuosa de bicarbonato de sodio al 2% en los ojos luego del lavado

Continúe aplicando la solución anterior, hasta que el accidentado reciba atención médica

1.3 Ingestión de ácidos

Ingestión accidental de ácidos

Hacerle tomar al paciente inmediatamente la solución jabonosa al 5% (alternativamente darle 2 claras de huevo mezcladas con 500 mL de agua o leche) Si no se dispone de estas cosas, debe tomar abundante agua

Hacerle gargarizar la solución jabonosa

Darle de 3 a 4 vasos de agua corriente

Si los labios y la lengua estan quemados por el ácido

Lavarlos completamente con agua

Lavar las partes afectadas con la solución acuosa de bicarbonato de sodio al 2%

Llevar al accidentado a la clínica más cercana para su pronta atención médica

2. QUEMADURAS POR ALCALIS O BASES

(Sodio, potasio e hidróxido de amonio)

Las quemaduras con álcalis son tan serias o más que las quemaduras con ácidos

2.1 Salpicaduras con álcalis en la piel

Lavar la parte afectada con abundante agua

Lavar la piel afectada con algodón empapado en ácido acético al 5% (o vinagre sin diluir)

Llevar al accidentado a la clínica más cercana para su pronta atención médica.

2.2 Salpicaduras de álcalis en los ojos

Lavar los ojos inmediatamente con abundante agua en el lava - ojos

Lavar los ojos con una solución saturada de ácido bórico (aplicar gotas repetidamente)

Llevar al accidentado a la clínica más cercana para su pronta recuperación

2.3 Ingestión álcalis

Hacer que el paciente tome una solución de ácido acético al 5% (o jugo de limón o vinagre diluido una parte de vinagre por 3 partes de agua)

Hacer que gargarice el ácido acético

Darle 3 a 4 vasos de agua

Si los labios y la lengua están quemados por el álcali

Lavar completamente las partes afectadas con agua

Bañar con ácido acético al 5%

Llevar al accidentado a la clínica más cercana

3. ENVENENAMIENTO POR SUSTANCIAS TOXICAS

Este puede ser causada por

Inhalación de vapores tóxicos o gases (ejemplo cloroformo)

Ingestión accidental al pipetear una solución venenosa

En estos casos llevar al accidentado a la clínica más cercana e informar a los médicos de las sustancias tóxicas ingerida

4. QUEMADURAS CAUSADAS POR CALOR

Se puede clasificar en dos categorías

4.1 Quemaduras severas que afectan áreas extensas de la piel (ejemplo: Quemaduras causadas por éter o agua hervida que haya salpicado sobre la víctima)

En este caso

Envolver a la víctima con una frazada antifuego si la víctima esta en llamas (ejemplo Salpicado con éter en llamas u otro solvente inflamable)

Informar a la clínica especificando que un paciente con quemaduras graves está siendo evacuado

Recostar a la víctima en el suelo No quitar sus ropas cubrirla si tiene frío

‘Llevar al paciente a la clínica más cercana

4.2 Quemaduras leves que afectan un área pequeña de la piel (ejemplo: Quemaduras causadas por material de vidrio caliente o una llama de mechero bunsen)

En este caso

Sumergir la parte afectada en agua fría o helada para aminorar el dolor

Aplicar tintura de yodo, mercurio, cromo o picrato a la quemadura

Si el corte sangra profundamente, detener el sangrado presionando fuerte con una compresa Se aplicará torniquete en caso extremo

Continuar presionando hasta llevar el paciente a la clínica más cercana

5. DAÑO CORPORAL POR DESCARGAS ELECTRICAS

Las descargas eléctricas en el laboratorio se pueden producir cuando se manipula con manos húmedas los equipos eléctricos que tienen avería y que no están conectados convenientemente a tierra Los síntomas son Pérdida del conocimiento, asfixia y generalmente paro cardiaco Se recomienda

Desconectar la electricidad con la llave general

Aflojar la ropa y todo aquello que impida la buena circulación y respiración

Tender al accidentado de espaldas sobre una superficie firme

Empezar inmediatamente la respiración artificial (boca a boca) y el masaje al corazón externamente si es necesario

Llevar al accidentado inmediatamente a la clínica más cercana

6 SE RECOMIENDA TENER SIEMPRE UN BOTIQUÍN DE PRIMEROS AUXILIOS EN CASO DE ACCIDENTES LEVES.

ANEXO N°2

Fecha _____

N° _____

- 1 Tipo de accidente
- 2 Personal involucrado
- 3 Lugar específico
- 4 Descripción del accidente
- 5 Causa probable
- 6 Daños producidos
- 7 Medidas correctivas
- 8 Recomendaciones y sugerencias
- 8 1 Oficial del laboratorio
- 8 2 Supervisor de seguridad

Oficial del laboratorio
seguridad

Supervisor de

ANEXO N°3

PROCEDIMIENTOS DE EMERGENCIA EN CASO DE INCENDIO

1. UBICACIÓN DE LOS EXTINTORES

Los extintores para una protección general deben estar localizados cerca de las puertas de escape del laboratorio. También se colocan cerca de los lugares de mayor riesgo, ejemplo, los extintores de clase B o multipropósito deben estar cerca de los materiales inflamables y en la sala de destilación de solventes, la ubicación de los extintores deberá ser señalada claramente mediante un aviso, de acuerdo a las normas de ITINTEC

2. ACCION DE COMBATIR EL FUEGO

En el caso de detectar fuego en un ambiente, se deben tomar inmediatamente las siguientes acciones

Hacer sonar la alarma y evacuar todo el personal, excepto aquellos designados para actuar combatiendo el fuego

Llamar a los bomberos

Tratar de extinguir, si es posible, o al menos limitar y prevenir la extensión del fuego a los ambientes adyacentes, hasta que lleguen los bomberos. Sin embargo, no ponga en peligro su vida

Asegurarse que el jefe del laboratorio y el personal designado estén advertidos del incendio

Considerar la necesidad de evacuar los locales adyacentes

Pasar lista de todo el personal del laboratorio para asegurarse que estén fuera del siniestro. Se adjunta un aviso de evacuación de emergencia y otro de instrucciones individuales que deben ser colocados en lugares visibles

EN CASO DE INCENDIO U OTRA EMERGENCIA

NO PIERDA LA CALMA

Evite el pánico y la confusión.

CONOZCA LAS SALIDAS

Siga las flechas de color verde y evacue el área, pero sin causar pánico.

Accione la alarma sin pérdida de tiempo.

SIGA LAS INSTRUCCIONES DE EVACUACION

Salga del ambiente.

CAMINE HACIA LA PUERTA DE SALIDA ASIGNADA

Mantenga el orden y la disciplina.

PIENSE SIEMPRE EN LA SEGURIDAD

NO FUME

NO COMA NI BEBA EN EL LABORATORIO

NO CORRA EN CASOS DE EMERGENCIAS

CONOZCA DONDE ESTAN UBICADAS LAS SALIDAS

MANTENGA LOS PASILLOS LIBRES

PONGA LOS GUARDAPOLVOS Y LIBROS EN LAS AREAS DESIGNADAS

NO DEJE UN EXPERIMENTO DESATENDIDO

APAGUE LOS MECHEROS CUANDO DEJE EL BANCO DE TRABAJO

ANEXO

SIGNOS DE ADVERTENCIA DE PELIGROS, APROBADOS POR LAS NACIONES UNIDAS



Clase 1
Explosivos



Clase 2
Incluidos los gases
comprimidos no inflamables



Clase 3
Líquidos inflamables



Clase 4 - División 4.1
Sólidos inflamables



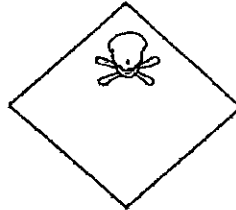
Clase 4 - División 4.2
Sustancias de combustión
espontánea



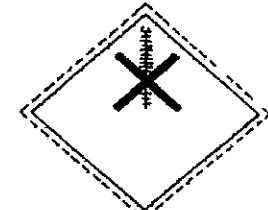
Clase 4 - División 4.3
Sustancias que en contacto
con el agua emiten gases
inflamables



Clase 5
Sustancias oxidantes
peróxidos orgánicos



Clase 6 - División 6.1
Sustancias tóxicas



Clase 6 - División 6.1
Sustancias dañinas



Clase 6
División 6.2
Sustancias infecciosas



Clase 7
Sustancias radioactivas

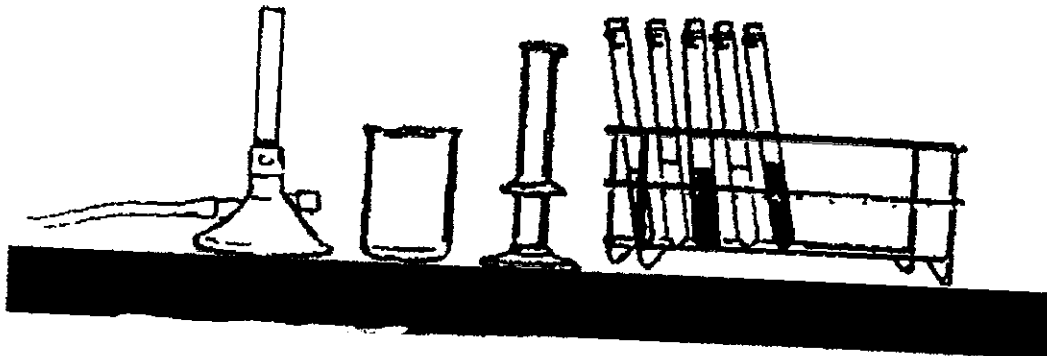


Clase 8
Corrosivos

ANEXO

BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIO

ORDEN EN EL LABORATORIO



ASI

Evite riesgos de daños a la ropa o a los libros. Evite daños por derrame de sustancias químicas. Reduzca el peligro de incendios.

NO ASI

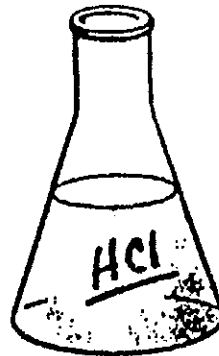


ROTULANDO LAS SUSTANCIAS QUÍMICAS

Todas las sustancias químicas deben estar claramente rotuladas. No use los materiales de recipientes sin rótulo.



EVITE LA CONTAMINACION. Nunca devuelva los reactivos a su recipiente.



Identifique en forma clara las sustancias químicas conforme trabaje.

VESTIMENTA EN EL LABORATORIO

Amárrese el cabello hacia atrás.

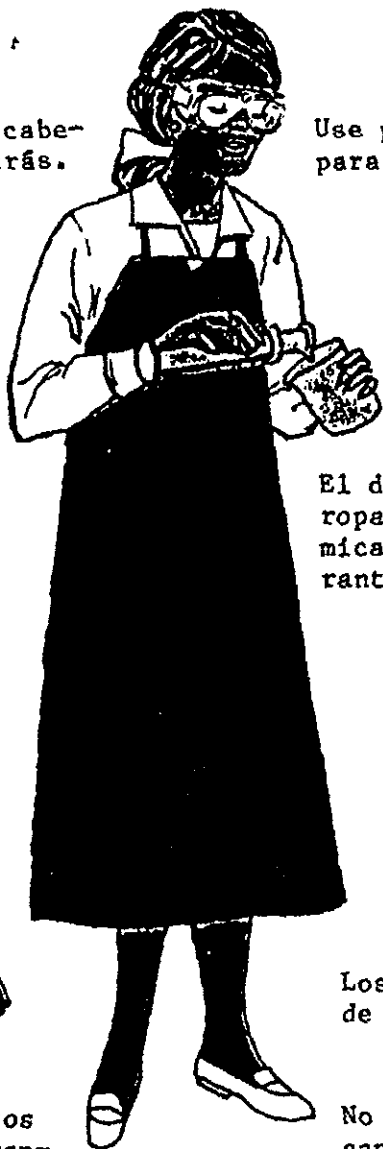
Use protección para los ojos.

Mangas muy ajustadas: evita la libertad de movimiento.

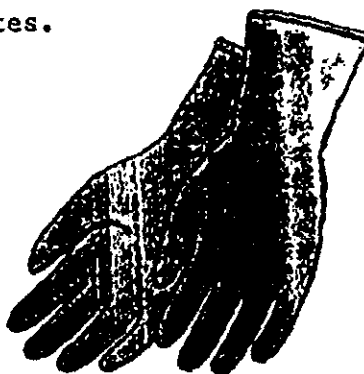
Mangas muy holgadas: puede causar la volcadura de aparatos.



Agarre los objetos calientes con guantes aislantes.



El delantal protege la ropa de sustancias químicas corrosivas o colorantes.



Los guantes protegen las manos de los químicos corrosivos.

No use zapatos abiertos o sandalias. Protéjase de los salpicados de las sustancias químicas o vidrios rotos.

PROTECCION DE LOS OJOS



Anteojos de protección

Los lentes normales no son adecuados para la protección de los ojos.

No use lentes de contacto en el laboratorio.

Una mejor protección se requiere al usar: materiales corrosivos o al trabajar con aparatos bajo vacío o alta presión.



La mayoría de los trabajos en el laboratorio requiere protección de los ojos

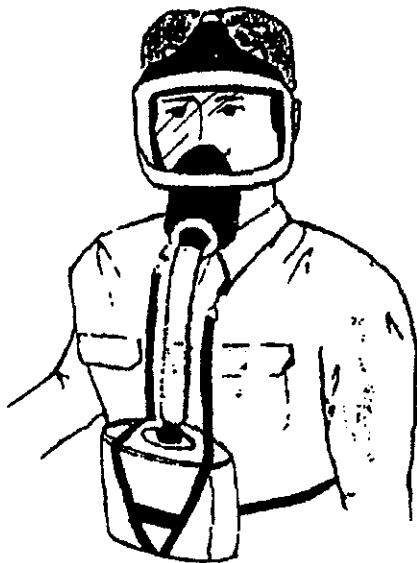
PROTECCION DE LOS GASES TOXICOS



MASCARAS DE EMERGENCIA DE AIRE.
Proveen de aire para periodos limitados.

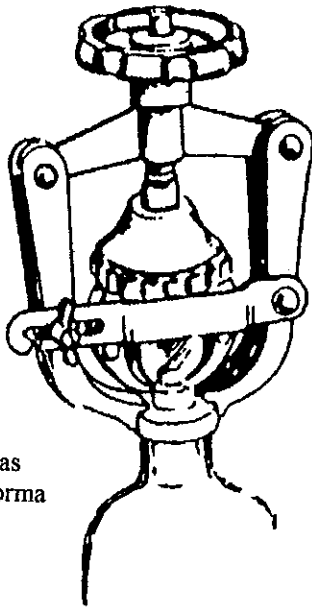


RESPIRADORES. Protegen de la exposición de bajas concentraciones de vapores tóxicos.



MASCARA DE GAS. Es usada cuando la concentración de vapores tóxicos no excede 2% por volumen o 20,000 ppm.

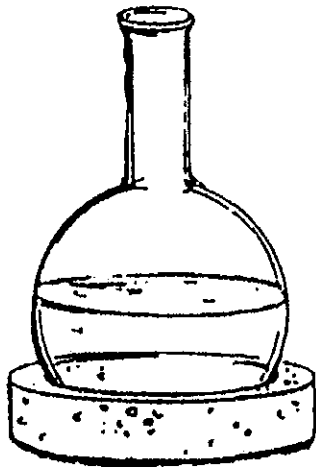
TRABAJANDO CON MATERIAL DE VIDRIO



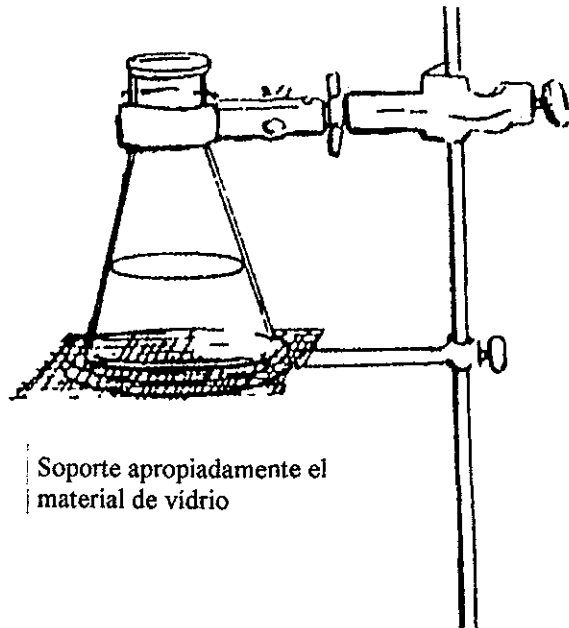
Remueva las tapas "atascadas" en forma segura



Descarte la cristalería rota o averiada



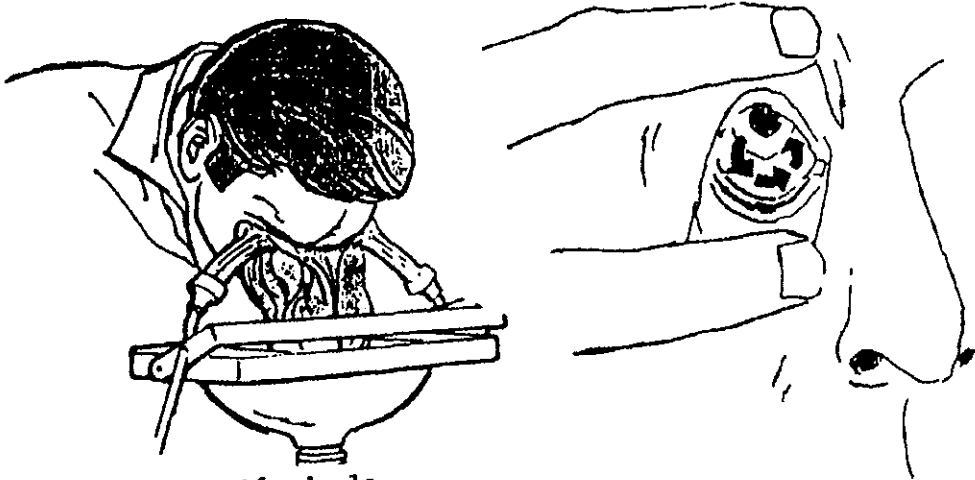
Los balones con base redonda deben ser puestos en base de corcho o jebe



Soporte apropiadamente el material de vidrio

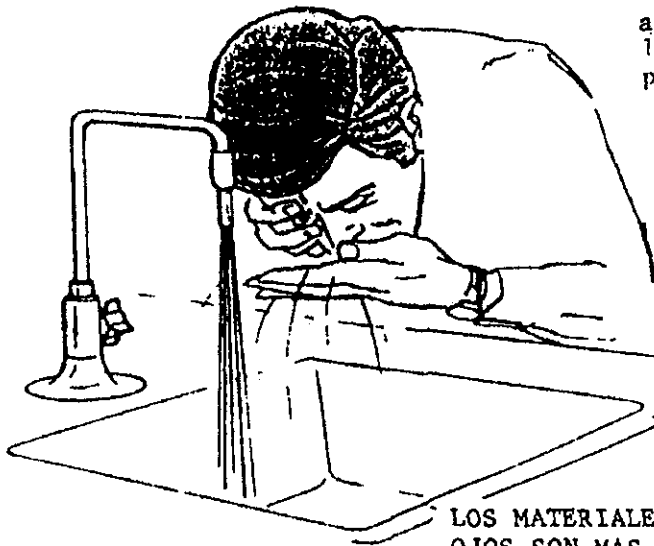
SUSTANCIAS QUIMICAS EN LOS OJOS

EL TRATAMIENTO RAPIDO ES VITAL. Bañe el globo ocular con grandes cantidades de agua hasta que llegue ayuda médica.



Conozca la ubicación de la fuente del lavado de ojos.

Lávase los ojos con abundante agua. Separe los párpados y mueva los ojos para todos lados.



El lavado inmediato con abundante agua por 15 minutos es esencial. Vea a un doctor inmediatamente.

LOS MATERIALES ALCALINOS EN LOS OJOS SON MAS PELIGROSOS.

DUCHA DE SEGURIDAD

Para salpicaduras de químicos o víctimas de fuego. Opere al jalar el anillo. El área cercana a la ducha debe estar siempre libre.



LAS DUCHAS DE SEGURIDAD
deben ser probadas
semanalmente

Remueve la ropa del área afectada.
No permita que la modestia cause
serias quemaduras o afecte su salud.

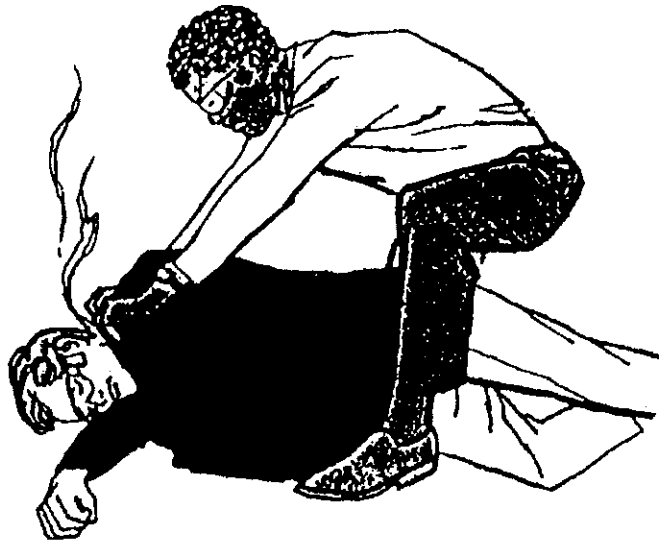
**FUEGO EN LA ROPA
NO CORRA O REALICE ACCIONES QUE AVIVEN EL FUEGO**



FRAZADA ANTI FUEGO




Sofoque las llamas
envolviendo en una frazada
antifuego o use la ducha de
seguridad o un extinguidor
de HALON 1211

Envuelvase a la víctima con
una frazada

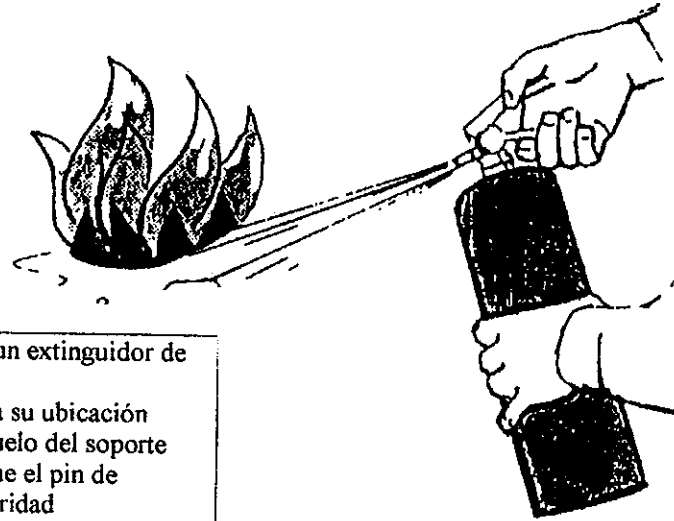
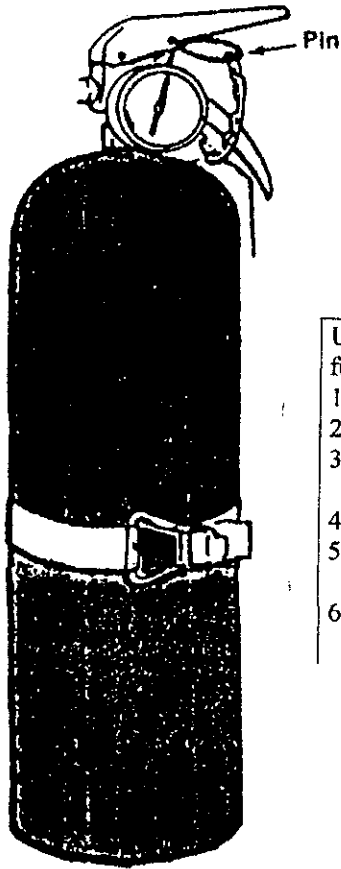


TIPOS DE EXTINTORES DE FUEGO



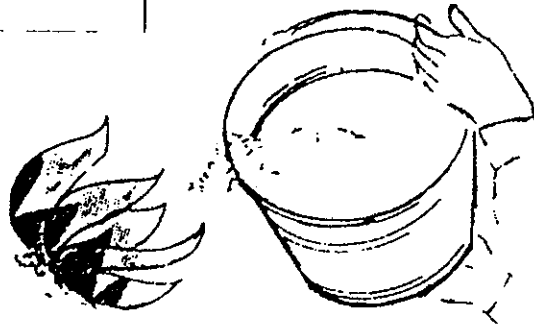
| | | | | |
|--|----|----|----|----|
| <p style="text-align: center;">A</p>  <p>Para combustibles ordinarios Ropa, madera, papel.</p> | SI | NO | NO | SI |
| <p style="text-align: center;">B</p>  <p>Para líquidos inflamables Aceite, grasa...gasolina.</p> | NO | SI | SI | SI |
| <p style="text-align: center;">C</p>  <p>Para su uso en equipo eléctrico conectado.</p> | NO | SI | SI | SI |

EXTINGUIENDO UN INCENDIO

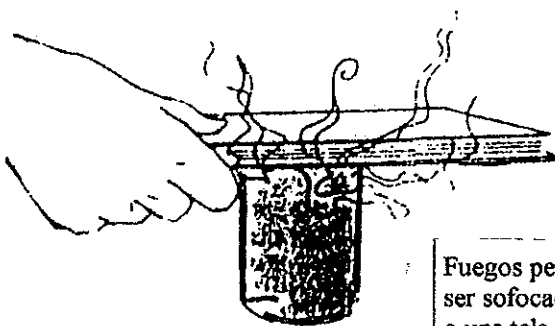


Usando un extinguidor de fuego

- 1 Sepa su ubicación
- 2 Sáquelo del soporte
- 3 Saque el pin de seguridad
- 4 Ajuste la palanca
- 5 Descargue a la base de la llama
- 6 Informe de su uso para recargarlo



Use arena seca para extinguir los metales en combustión

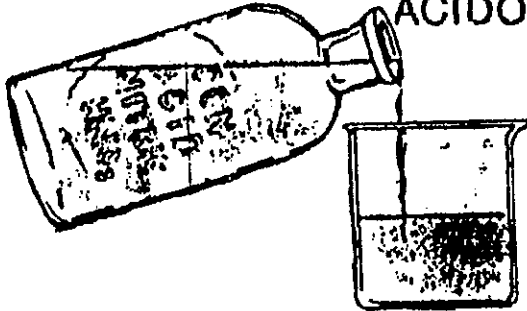


Fuegos pequeños pueden ser sofocados con un libro o una tela.

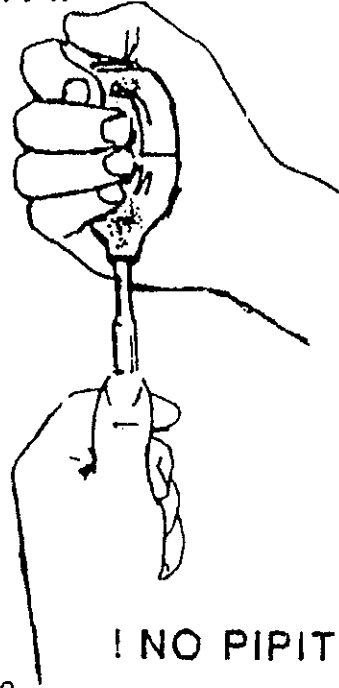
TRANSFIRIENDO LIQUIDOS

Pipetee usando
una bombilla,
no la boca.

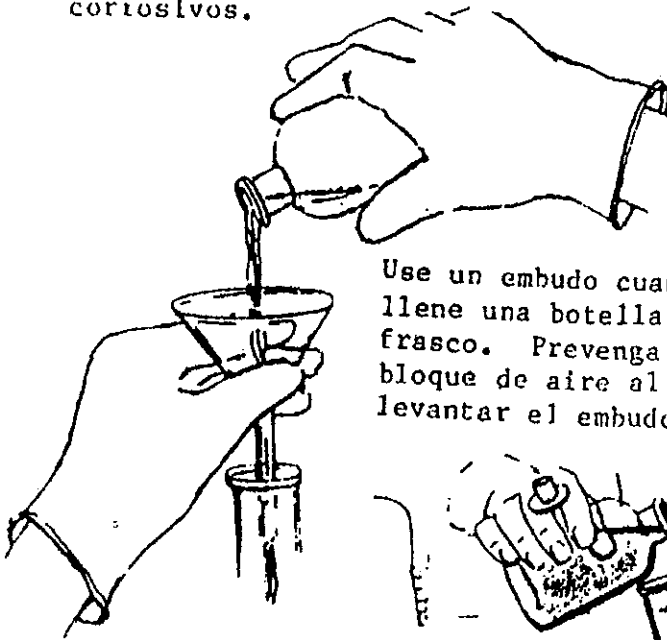
**RECUERDE ·
ACIDO AL AGUA !!**



Use guantes al
vaciar líquidos
corrosivos.

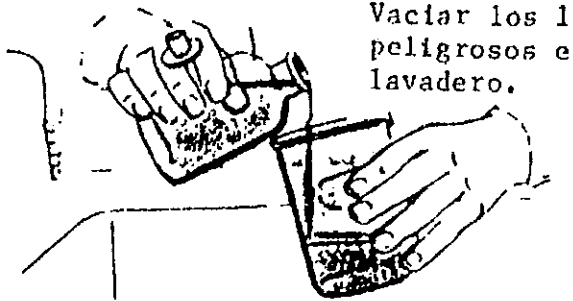


**! NO PIPITEE
CON LA BOCA !**



Use un embudo cuando
llene una botella o
frasco. Prevenga un
bloque de aire al
levantar el embudo.

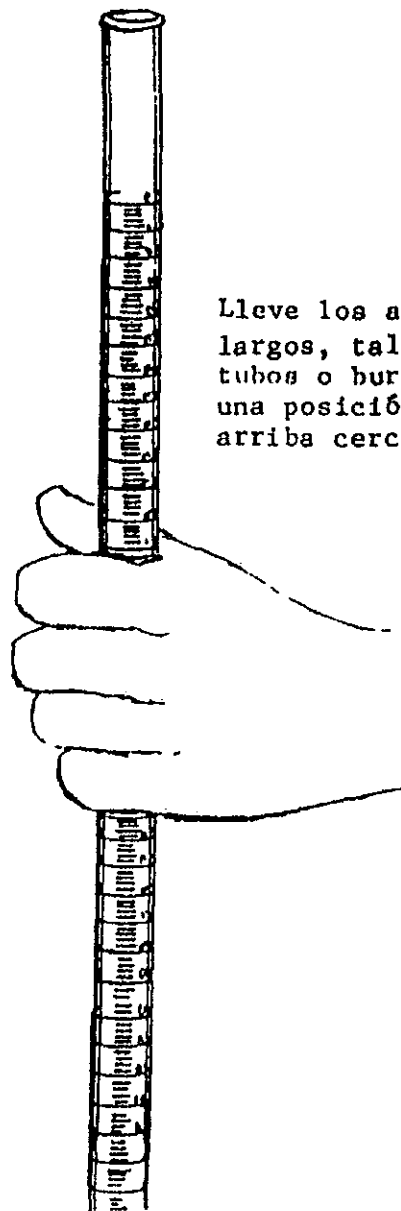
Vaciar los líquidos
peligrosos en el
lavadero.



TRANSPORTANDO SUSTANCIAS QUIMICAS Y EQUIPOS



Agarre las botellas firmemente con ambas manos y manténgalas cerca al cuerpo. No las lleve por el cuello. Use un cargador de botellas, cuando tenga que transportarlas a cualquier distancia.



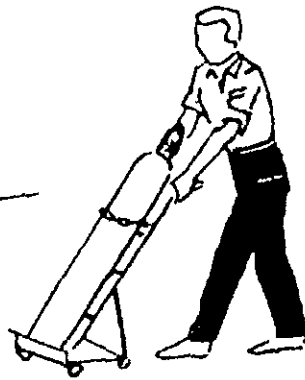
Lleve los aparatos largos, tales como tubos o buretas en una posición hacia arriba cerca al cuerpo.

CILINDRO DE GASES

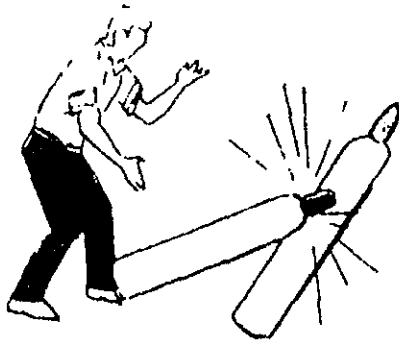
Proteja las válvulas de los cilindros con su capucha.



Asegure los cilindros en forma apropiada.



Transporte los cilindros en un carrito manual, no lo haga rodar.

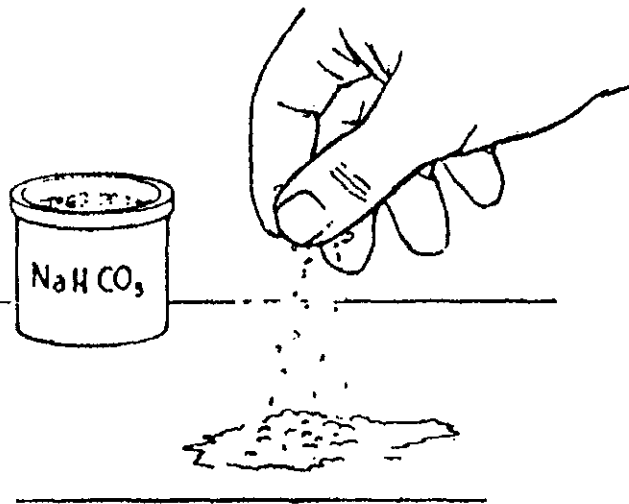


NO SUELTE los cilindros.

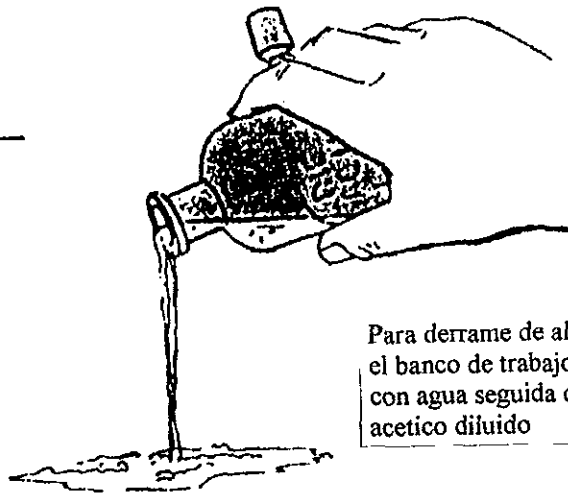


Marque los cilindros cuando estén vacíos.

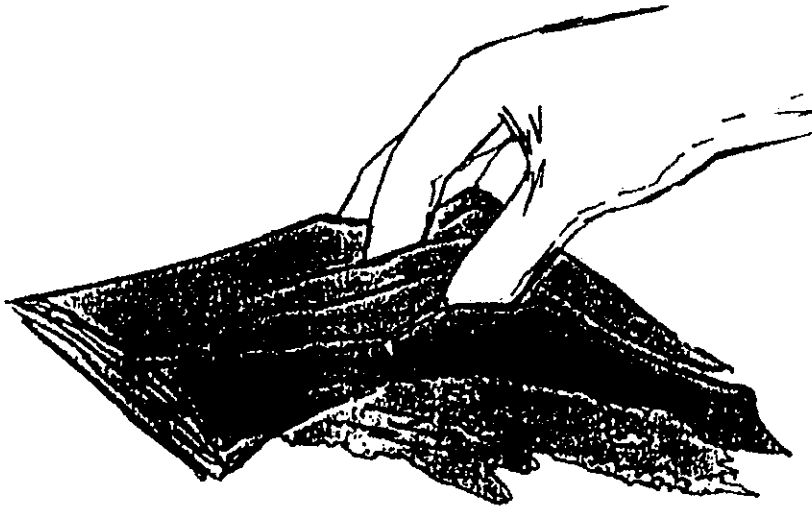
DERRAMES DE ACIDOS/ALCALIS



Para derrame de ácidos, use bicarbonato de sodio sólido seguido de agua



Para derrame de alcalis en el banco de trabajo, lave con agua seguida de ácido acético diluido



Limpie todos los derrames de químicos rápidamente
Los derrames de solventes inflamables pueden ser causa de fuego
Usar guantes para realizar esta actividades o cuando sea necesario

PARTE IV

CONCLUSIONES

1. A la fecha El Salvador no cuenta con ningún laboratorio debidamente acreditado y certificado en el análisis de agua lo que da la pauta, para la elaboración del presente estudio.
2. La base fundamental de todo control de calidad esta ligada no solamente a las buenas prácticas de laboratorio sino también a su acreditación y certificación.
3. El acreditamiento y certificación deben considerarse fundamentales dentro de la confiabilidad de datos que todo laboratorio genere.
4. Dentro del análisis de aguas residuales, los parámetros principales para su evaluación son: pH, Sólidos Totales, Sólidos Disueltos, Sólidos Volátiles, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), Demanda Química de Oxígeno (DQO) y Oxígeno Disuelto (OD), seleccionados para la elaboración del presente estudio.
5. La situación actual de los laboratorios de aguas establece la oportunidad para la elaboración de manuales específicos sobre funcionamiento, calidad y seguridad.

PARTE V

RECOMENDACIONES

- 1 Se recomienda que el laboratorio de aguas de la Facultad de Química y Farmacia cuente con todo el equipo y material necesario para realizar los análisis Físicos con el cual prestará una mejor función
- 2 Que el laboratorio cree sus propias políticas y objetivos de calidad, basándose en su infraestructura y organización, implementando de inmediato los métodos recomendados en el presente manual
- 3 El personal responsable de los análisis de aguas, deberá ser debidamente calificado, lo cual podrá realizarse mediante actualización y capacitaciones periódicas que incluyan tanto la parte analítica como los reglamentos de seguridad para beneficios del mismo
- 4 Realizar de parte de la autoridad competente de la Facultad de Química y Farmacia, los arreglos necesarios para hacer efectiva la acreditación y certificación del laboratorio

PARTE VI

RESUMEN

El presente trabajo se realizó con el fin de orientar a los analistas en el mejor desempeño de sus labores, para esto se consideraron los diferentes aspectos que involucran los análisis físico – químico de aguas, los fundamentos básicos para realizar la acreditación y certificación de un laboratorio de análisis físico – químico de aguas, basados en los siguientes factores Diagnóstico de laboratorios involucrados en el control y vigilancia de la calidad del agua, con énfasis en la descripción del equipo con que cuenta, las normas utilizadas y personal calificado que realiza los diferentes análisis

El desglose del contenido se expone de la siguiente forma

- 1 La importancia de la acreditación, certificación y aspectos normativos sobre acreditación de laboratorios de análisis, radica en que al acreditar un sistema de calidad se proporciona un mecanismo para garantizar la confianza en los resultados obtenidos, pudiendo este certificar que el análisis cumple con determinadas especificaciones técnicas establecidas
- 2 Principios de buenas prácticas de laboratorio Describe la organización del personal y la distribución e infraestructura de los laboratorios Así como también el buen manejo de sustancias de pruebas, referencia, calibración, mantenimiento de equipos, limpieza de materiales y buen uso de reactivos
- 3 Generalidades para elaboración de manuales de calidad Se tomaron en cuenta las especificaciones dictadas por la norma ISO – 10013 de 1995, los cuales incluyen las políticas y descripción de su sistema de calidad
- 4 Parámetros físico - químico seleccionados para la acreditación pH, sólidos totales, sólidos disueltos, sólidos volátiles, Demanda Bioquímica de Oxígeno (DBO), Demanda Química de Oxígeno (DQO)y Oxígeno Disuelto (OD)
- 5 Metodología analítica utilizada, para comparar métodos de análisis fueron los libros oficiales de la APHA y AOAC, los manuales del CEPIS y el manual Merck, los cuales detallan el principio de cada parámetro, el procedimiento, equipos, reactivos y cálculos a realizar
- 6 Elaboración de manuales
 - 6 1 Manual del laboratorio Dividido en cuatro secciones para una mejor ubicación del analista.
 - 6 2 Manual de control de calidad analítica, se refiere a la aplicación de procedimientos estadísticos para evaluar la precisión de los resultados analíticos y establecer la calidad de las mediciones, identificar y controlar las fuentes de error en caso necesario Manejo

de datos y presentación de resultados con sus respectivas cifras significativas y registro de muestras recibidas

- 6 3 Manual de procedimientos simplificados de análisis químicos de aguas residuales Describe los análisis físico – químicos seleccionados para su acreditación que serán usados para aguas residuales, crudas y tratadas, incluyendo la preservación y transporte de muestras y los objetivos de un buen programa de control de calidad analítica
- 6 4 Mantenimiento, control, calibración y buen uso de equipos de laboratorio, incluidos en el tercer manual, cristalería, pHmetro, medidores de oxígeno disuelto, estufas, muflas, incubadoras, fuentes de poder, balanzas analíticas y de precisión El cual describe las pautas para el mantenimiento preventivo y correctivo, que sirven para garantizar que los resultados obtenidos sean confiables mediante un programa bien definido, orientando a los analistas para disminuir los errores ocasionados por el mal funcionamiento del equipo y materiales
- 6 5 Manual sobre seguridad que debe existir dentro y fuera del laboratorio Inicia con la seguridad interna Las buenas prácticas del laboratorio, el equipo de protección que debe ser usado al realizar los análisis, selección, almacenamiento y lavado de cristalería, los peligros de incendios, clases de fuego y sus extintores y peligros existentes con las diferentes sustancias químicas La seguridad externa incluye la disposición de los diferentes desechos del laboratorio, el monitoreo del medio ambiente y la salud del personal
- 6 6 Anexos relacionados con las diferentes secciones del manual Para una mejor ilustración de lo antes mencionado

BIBLIOGRAFIA

BIBLIOGRAFIA

- 1 AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION (APHA), American Water Works Association, Water Pollution Control Federation, Standard Methods for the examination of water and wastewater 19 a ed Washington, D C American Public Health Association, 1995
- 2 OFFICIAL METHODS OF ANALYSIS OF THE ASSOCIATION OF OFFICIAL ANALYTICAL CHEMISTS (AOAC), 14 ed 1984
- 3 CALDERON, Gloria Ruth Diagnostico del recurso laboratorio que realizan análisis de la calidad del agua para consumo humano 1992
- 4 CASTRO DE ESPARZA, María Luisa, Parámetros Físico – Químicos que influyen en la calidad en el tratamiento del agua Guadalajara, México 1988
- 5 CASTRO DE ESPARZA, María Luisa, manuales de OPS/OMS/CEPIS (Organización Panameicana de la Salud/Organización Mundial de la Salud/ Centro Panamericano de Ingeniería Sanitaria y Ciencias del Ambiente) Lima 1996
- 6 CONACYT, Ley del Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología San Salvador, 1992
- 7 CONACYT, Proyecto de Reglamento de Acreditación de Laboratorios de Ensayos y Análisis San Salvador 1995
- 8 CONACYT, Reglamento de Acreditación de Laboratorios de Ensayos Y Análisis Reglamento de Metrología 1995
- 9 CRITERIOS GENERALES PARA EL FUNCIONAMIENTO DE LOS LABORATORIOS DE ENSAYO Y ANÁLISIS Norma Salvadoreña NSR en 45001 96
- 10 E MERCK, DARMSTADT Manual Merck de “análisis de agua”, 9 ed R F de Alemania

- 11 FAGADI Francesco Estudio de la situación actual y propuesta para el mejoramiento de control de calidad del agua cruda para consumo humano en el área metropolitana de San Salvador (AMSS), 1994
- 12 ISO, 10013, Guía para la elaboración de manuales de la calidad 1995
- 13 LEÑERO, José Lo que todos los miembros de la empresa deben saber sobre ISO 9000, 1^{era} ed Costa Rica
- 14 MEJÍA, francisco javier Informe final de la consultoría en el área de normalización, metrología y certificación de la calidad 1996
- 15 ORTEGA, Yolanda y QUEVEDO Fernando Garantía de la calidad de los laboratorios de Microbiología alimentaria para su conformidad 1993
- 16 PRINCIPIO DE LAS BUENAS PRACTICAS DE LABORATORIO Y VIGILANCIA PARA SU CONFORMIDAD 1993
- 17 REPETTO Guiseppo y RODEZNO Patricia Ivonne Apuntes sobre las Agua Negras, 2^{da} ed San Salvador 1991

ANEXOS

ACREDITACION

ANEXO 1

MODELO DE SOLICITUD DE ACREDITACION CONSEJO NACIONAL DE CIENCIA Y TECNOLOGIA

Solicitud de Acreditación

Nombre o razón social del laboratorio _____

Dirección _____

Por medio de la presente, el Laboratorio _____ (nombre del laboratorio), solicita al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, la acreditación como

Laboratorio de Ensayos

Laboratorio de Calibraciones

Para los siguientes ámbitos de competencia, que incluyen los campos de ensayos o calibraciones mencionados a continuación

Al obtener la acreditación el solicitante acepta

- 1 Cumplir con los requisitos contenidos en el Reglamento de Acreditación de Laboratorios de Ensayos y Análisis y con las condiciones generales para la acreditación de laboratorios
- 2 Firmar el Contrato de Acreditación con el CONACYT
- 3 Pagar las tarifas establecidas para el servicio de acreditación
- 4 La acreditación puede cancelarse si el laboratorio deja de cumplir con lo expuesto anteriormente, estando sujeto esto solamente a los derechos de apelación establecidos al efecto

Firma

Nombre

Cargo

Lugar

Fecha

ANEXO 2

GUIA PARA PREPARAR UNA SOLICITUD DE ACREDITACION DE LABORATORIOS DE ENSAYOS O DE CALIBRACION

Introducción

Para obtener la acreditación, los laboratorios deben cumplir con los requisitos establecidos en el Reglamento de Acreditación de Laboratorios de Ensayos y Análisis, y con las condiciones generales establecidas en este documento, copia de los cuales pueden solicitarse al CONACYT. Los laboratorios deben demostrar competencia técnica para realizar ensayos tipos de ensayos o calibraciones para los cuales desean obtener la acreditación.

La información proporcionada en esta solicitud tiene varios propósitos

- a) Garantizar que el solicitante ha examinado cada uno de los requisitos y está razonablemente consciente que cumple con cada uno de ellos
- b) Permitir al personal del CONACYT que detecte e informe al solicitante cualquier problema potencial que indique el cumplimiento de alguno o algunos de los requisitos, lo que se confirmará con la evaluación in situ
- c) Proporcionar al equipo evaluador, la información necesaria para que la evaluación sea objetiva
- d) Proporcionar la base para confirmar que la capacidad del laboratorio descrita en su solicitud es congruente con la que se determine con la evaluación

1. Ambito

Esta solicitud contiene los elementos clave necesarios para cumplir con cada requisito establecido en el Reglamento de Acreditación. Si el laboratorio solicitante forma parte de una empresa o de otro grupo similar, o constituye una unidad separada dentro de una institución, el término "laboratorio" se aplicará únicamente para el que se solicita la acreditación.

2. Instrucciones generales

- 2.1 El solicitante deberá analizar los requisitos establecidos en el reglamento y las condiciones generales del presente documento, y estar seguro que los comprende y cumple con ellos
- 2.2 Cuando la solicitud requiera copias de documentos específicos, tales como organigramas, descripción de funciones, listas de equipos, ejemplos de informes sobre ensayos, informes de calibración, método de ensayos, etc., copias de estos documentos deberán adjuntarse como apéndices de la solicitud.

3. Documentos de solicitud

3 1 Las solicitud que se presentará al CONACYT incluirá el original y dos copias de los siguientes documentos

Solicitud debidamente llenada y firmada

Documentos de apoyo anexados a la solicitud, incluyendo una copia del manual de calidad

3 2 Medidas implantadas para garantizar la calidad de los resultados

3 3 Historial del laboratorio

3 4 Lista de equipos

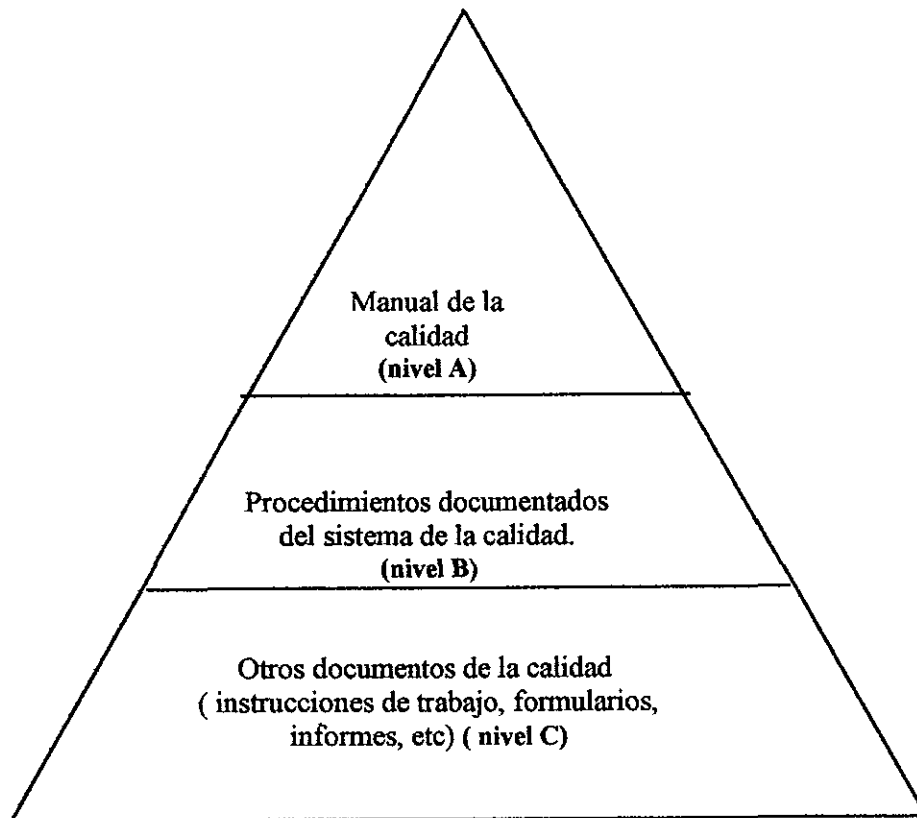
3 5 Métodos de ensayos utilizados

3 6 Procedimientos de calibración

3 7 Modelos de informes de ensayos o calibración, según corresponda

ANEXO 3

JERARQUIZACION TÍPICA DE LA DOCUMENTACIÓN DE UN SISTEMA DE LA CALIDAD



contenidos de los documentos

Nivel A describe el sistema de la calidad de acuerdo con la política y los objetivos de la calidad declarados y la norma aplicable

Nivel B describe las actividades de las unidades funcionales necesarias para implementar los elementos del sistema de la calidad

Nivel C consiste en documentos detallados de trabajo

GLOSARIO

GLOSARIO

| | |
|---------------------------------------|--|
| Acreditamiento de laboratorio: | Es un reconocimiento formal a un laboratorio como competente para llevar a cabo pruebas específicas o tipos de pruebas específicas |
| Administración de la calidad: | Son los procedimientos de gestión administrativa destinados a conseguir que las técnicas de vigilancia se pongan en práctica y se evalúen como corresponden, y que se adopten las medidas correctivas necesarias |
| Aeración: | Ventilación // Introducción del aire en las aguas potables o medicinales |
| Ajuste: | Operación destinada a llevar un instrumento de medida a un funcionamiento y a una exactitud y precisión convenientes para su uso |
| Ajuste del operador: | Operación destinada a llevar un instrumento de medida a un funcionamiento y a una exactitud conveniente para su utilización empleando solamente los medios a la disposición del operador |
| Análisis químico: | Conjunto de métodos para determinar la naturaleza análisis cualitativa y proporciona análisis cuantitativo de las sustancias presentes en una muestra |
| Astil | Barra horizontal, de cuyo extremos penden los platillos de la balanza |
| Calibración: | Proceso que involucra analizar ciertas acciones recomendadas por el fabricante para ver si el equipo cumple con las especificaciones dadas, observar sus variaciones y ver si ellas están dentro de sus límites de tolerancia |
| Calidad del agua: | Son todas aquellas características propias del agua que poseen gran importancia para el consumo humano Esta deberá estar libre de microorganismos patógenos, sustancias tóxicas, apta para el consumo, y sin ningún riesgo para la salud Teniendo como máxima de la calidad que no posea color, olor, ni sabor |
| Calidad: | Es la totalidad de características de los datos analíticos que determinan el grado en que estos satisfacen criterios previamente especificados (la exactitud, precisión, representatividad y comparabilidad, son los criterios de mayor importancia) |

| | |
|---|---|
| Certificación de calidad: | Es la acción de certificar por medio de un documento de conformidad o marca de conformidad, que un bien o servicio cumple con unas normas o especificaciones técnicas determinadas, pudiendo ser estas nacionales, regionales, internacionales, de asociaciones acordada entre partes, etc |
| Contaminación del agua: | Es cualquier alteración de las propiedades físicas, químicas y biológicas del agua |
| Control de calidad: | Es el proceso a través del cual un laboratorio mide su comportamiento respecto a las pruebas efectuadas, lo compara con patrones y efectúa en consecuencia para corregir las diferencias |
| Criterios de acreditamiento: | Es una serie de requerimientos utilizados por un organismo acreditador que el laboratorio debe cumplir para ser acreditado |
| Deflexión: | Cambio de dirección o desviación |
| Descantilla: | Arista o cantos ratos de alguna cosa |
| Diodo: | Electrico, componente que consiste en dos electrodos de polaridad opuesta y cuya función es dejar pasar la corriente únicamente en un sentido // Diodo de unión Es constituido por dos semiconductores de naturaleza electrica opuesta // Diodo de vacío El consiste en un cátodo de emisión termoionica y un ánodo de níquel cerrado hermética en una ampolla donde se ha hecho el vacío |
| Efluentes: | Líquido que procede de una planta industrial que fluye |
| Eléctrico: | Que tiene o comunica electricidad |
| Electronica: | Ciencia que estudia dispositivos basados en el movimiento de los electrones libres en el vacío, gases o semiconductores, cuando dichos electrones están sometidos a la acción de los campos electromagnéticos |
| Ensayo o análisis: | Operación técnica que consiste en determinar una o más características de un producto, proceso o servicio determinado de acuerdo a un procedimiento especificado |
| Ensayo o análisis interlaboratorios: | Organización, realización y evaluación de ensayos o análisis sobre los mismos o similares productos o materiales, por dos o más laboratorios, de acuerdo con las condiciones predeterminadas |

| | |
|---|--|
| Ensayo de aptitud de un laboratorio: | Evaluación del funcionamiento de un laboratorio de ensayos y análisis por medio de ensayos interlaboratorios |
| Enseres o muebles: | Instrumentos necesarios para el ejercicio de una profesión |
| Evaluación de laboratorio: | Examen de un laboratorio de ensayos o análisis para evaluar su conformidad con los criterios para la acreditación de un laboratorio determinado |
| Exactitud | Es la diferencia entre el valor medido y el valor verdadero de un material sujeto a prueba |
| Freáticos: | Relativos a las aguas acumuladas en el subsuelo // dicese de la capa del subsuelo que contiene esta agua |
| Garantía de la calidad: | Es el conjunto de actividades planificadas y sistemáticas que permiten proporcionar a todos a quienes concierne, la evidencia necesaria para establecer confianza en que los resultados de pruebas (informes) emitidos por el laboratorio son satisfactorios |
| Informes de ensayo y análisis: | Documento que presenta los resultados de un ensayo o análisis y demás información referente a los mismos |
| Laboratorio acreditado: | Laboratorio de análisis al cual se le ha otorgado la acreditación |
| Mantenimiento correctivo o imprevisto: | Es la corrección de deficiencias entre los períodos de servicio de mantenimiento preventivo programado |
| Mantenimiento preventivo o programado: | El mantenimiento preventivo de un equipo se caracteriza por la operación correcta, el servicio oportuno, la inspección sistemática y la detección y corrección de las causas de fallas antes de que ocurran o degeneren en defectos de mayor importancia. |
| Métodos de ensayo y análisis: | Procedimiento técnico especificado para realizar un ensayo o análisis |
| Metrología: | Es la ciencia que trata de la medición |
| Metrología científica: | Es la parte de la metrología relacionada con la calibración, comprobación y verificación de los instrumentos de medida y control empleados en laboratorios de análisis, pruebas y ensayos, así como en la investigación científica y aplicada |

| | |
|--|--|
| Norma: | Especificación técnica u otro documento accesible al público, establecido con la cooperación y el consenso o aprobación general de todas las partes interesadas, basado en los resultados conjuntos de la ciencia, la tecnología y la experiencia, que ha sido aprobado por un organismo reconocido a nivel nacional, regional o internacional |
| Normalización: | Es una actividad que proporciona soluciones a problemas repetitivos esencialmente dentro de las esferas de la ciencia, tecnología y economía dirigidos a alcanzar el grado óptimo dentro de un contexto dado. Generalmente la actividad consiste en los procesos de formular, emitir y aplicar normas |
| Obsolescencias: | Que esta volviéndose obsoleto, que esta cayendo en desuso |
| Organismos de acreditación del laboratorio: | Organismo que dirige y administra un sistema de acreditación de laboratorio y otorga la acreditación |
| Patrón: | Medida materializada, instrumento de medida o sistema de medida destinada a definir, realizar, conservar o reproducir una unidad, uno o varios valores conocidos de una magnitud para transmitirlo por comparación a otros instrumentos de medida |
| Pirómetro: | Instrumento para medir temperaturas muy elevadas |
| Polución: | Contaminación intensa y perjudicial del aire, agua, etc., con sustancias extrañas, producida por los residuos de procesos industriales o biológicos |
| Precisión: | Es la repetibilidad de mediciones sucesivas bajo las mismas condiciones |
| Programa de control de calidad: | Es un conjunto de actividades planeadas y organizadas que comprende la vigilancia, evaluación y mantenimiento en un grado óptimo de todas las características de rendimiento que se pueden definir, medir y controlar |
| Programa de garantía de la calidad: | Es una actividad organizada que permite asegurar la calidad en el laboratorio e incluye técnicas de control de la calidad y procedimientos de administración de la calidad. Su naturaleza y extensión varían según el tamaño y tipo del laboratorio, tipo de muestra que se analicen y otros factores |

| | |
|--|---|
| Reglamento: | Es un documento obligatorio que contiene disposiciones legislativas, reglamentarias o administrativas y que es adoptado y publicado por una autoridad legalmente investida con los poderes necesarios |
| Reglamentos de Buenas prácticas de laboratorio: | Son una serie de reglas, prácticas y procedimientos en operación establecidas y promulgadas, que se consideran adecuadas para asegurar la calidad e integridad de los datos producidos |
| Reles: | Aparato destinado a producir en un circuito una modificación dada, cuando se cumple determinadas condiciones en el mismo circuito o en otro distinto |
| Sistema de calidad: | Es el total de elementos y actividades para producir un trabajo de buena calidad |
| Sistema de certificación: | Sistema que tiene sus propias reglas de procedimiento y de administración para llevar a cabo una certificación de conformidad |
| Sistema nacional de certificación: | Sistema de certificación organizado y administrado por un organismo gubernamental o no gubernamental a nivel nacional |
| Sistemas de acreditación de laboratorio: | Es un sistema que tiene sus propias reglas de procedimientos y criterios para llevar a cabo el acreditamiento de un laboratorio |
| Tolerancia: | Diferencia aceptada en las dimensiones de un parámetro |
| Trazabilidad: | Propiedad de un resultado de medida consistente en poderlo relacionar a patrones apropiados, generalmente internacionales o nacionales por intermedio de una cadena ininterrumpida de comparaciones |
| Zocalillos: | Elemento en el que se encuentran los terminales de una válvula |