

**ACREDITACIÓN DEL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD
SURCOLOMBIANA - NORMA ISO 17025:2005**

FASE 1.

MAURY ALBERTO SANCHEZ GUALTERO

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA INGENIERÍA DE PETRÓLEOS
NEIVA-HUILA**

2010

**ACREDITACIÓN DEL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD
SURCOLOMBIANA - NORMA ISO 17025:2005**

FASE 1.

MAURY ALBERTO SANCHEZ GUALTERO

Trabajo de grado presentado como
requisito parcial para optar el título de
Ingeniero de Petróleos

Director:

JAIME ROJAS PUENTES

Ingeniero Químico

**UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA
FACULTAD DE INGENIERÍA
PROGRAMA INGENIERÍA DE PETRÓLEOS
NEIVA-HUILA**

2010

Nota de aceptación

Presidente del Jurado

Jurado

Jurado

Neiva, .

AGRADECIMIENTOS

DEDICATORIA

CONTENIDO

LISTA DE FIGURAS	8
LISTA DE TABLAS	9
LISTA DE ANEXOS	10
RESUMEN	11
SUMMARY	12
INTRODUCCIÓN	13
1. JUSTIFICACIÓN	¡Error! Marcador no definido.
2. GENERALIDADES DEL LABORATORIO	16
3. SISTEMA DE GESTIÓN	19
3.1 SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD	19
3.2 DESCRIPCIÓN DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005	22
3.3 CORRESPONDENCIA ENTRE LAS NORMAS.	23
3.3.1 Norma ISO 9001:2008.....	23
3.3.2 NORMA TÉCNICA DE CALIDAD EN LA GESTIÓN PÚBLICA NTCGP 1000:2004	24
4. ESTRUCTURA DE LA DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD DEL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA	30
4.1 ESTRUCTURA DOCUMENTAL	30
4.1.1 NIVEL I: MANUAL DE CALIDAD.....	30
4.1.2 NIVEL II: MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DE CALIDAD (GESTIÓN Y TÉCNICOS).....	30
4.1.3 NIVEL III: REGISTROS DE CALIDAD.....	31
4.1.4 NIVEL IV: MANUAL DE FUNCIONES Y DOCUMENTOS DE APOYO ..	31
4.2 POLÍTICAS DE CODIFICACIÓN Y ESTRUCTURA DE DOCUMENTOS	32

4.2.1 POLÍTICAS PARA LA CODIFICACIÓN DE LOS DOCUMENTOS INTERNOS DEL SISTEMA DE GESTIÓN.....	33
4.2.2 POLÍTICAS PARA DOCUMENTAR PROCEDIMIENTOS.....	33
4.3 CONTROL DE DOCUMENTACION	33
5. METODOLOGÍA Y PRESENTACION DEL TRABAJO	34
5.1 PRIMERA ETAPA: Adquisición y revisión de la normatividad relacionada con certificación y acreditación de laboratorios	34
5.2 SEGUNDA ETAPA: Diagnóstico	34
5.3 TERCERA ETAPA: Planear las actividades a efectuar para cumplir con los requisitos establecidos en la normatividad	35
5.4 CUARTA FASE: Documentación.....	35
6. CONCLUSIONES	36
7. RECOMENDACIONES.....	37
8. BIBLIOGRAFÍA.....	38

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Estructura Organizacional del Laboratorio.

Figura 2. Principios de la ISO/IEC 17025.

Figura 3. Estructura de la Documentación del Sistema de Calidad.

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Correspondencia entre las normas NTCGP 1000:2004, la norma ISO 9001:2000 y la norma ISO/EIC 17025.

LISTA DE ANEXOS

Anexo 1: Diagnóstico Laboratorio de Aguas.

Anexo 2: Manual de Calidad Laboratorio.

Anexo 3: Manual de Funciones.

Anexo 4: Manual de Seguridad e Higiene.

Anexo 5: Manual de Procedimientos Técnicos.

Anexo 6: Manual de Procedimientos de Gestión.

RESUMEN

Debido a la necesidad de ofrecer un mejor servicio en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana es obligatorio contar con un nivel de calidad certificado por las autoridades competentes. Para el logro de este objetivo se realizó el proyecto “ACREDITACION DEL LABOROTARIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA FASE 1, acogiendo la NORMA ISO 17025:2005”, con el fin de elaborar la documentación necesaria, tendiente a la implementación de un sistema de gestión de calidad.

Como paso fundamental en la implementación del sistema de gestión de calidad fue necesario adelantar un diagnóstico detallado de todos los ámbitos encontrados dentro del Laboratorio que son tenidos en cuenta por la normatividad existente no solo en la norma ISO 17025:2005, sino también, en las otras normas que rigen el nivel de calidad como lo son la ISO 9001:2008 y las normas aplicadas dentro de la Universidad Surcolombiana: MECI 1000:2005 y la NTC-GP 1000:2004.

Con base en este diagnóstico se determinaron las fortalezas y las falencias del Laboratorio, lo cual permitió definir las necesidades reales y, así mismo, elaborar los documentos necesarios para cubrir las falencias detectadas.

El Manual de Calidad que cubre los procedimientos de análisis que se realizan en las instalaciones permanentes del Laboratorio, en sitios fuera de sus instalaciones permanentes o instalaciones temporales o móviles asociadas, así mismo, las actividades que se relacionan con dichos análisis y todos los procedimientos administrativos referentes al manejo de documentación e informes pertinentes.

El Manual de Procedimientos de Gestión que contiene los procedimientos del orden administrativo que se llevan a cabo en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

El Manual de Procedimientos Técnicos describe la metodología para realizar las diferentes actividades y pruebas de ensayo ofrecidos por el Laboratorio. Los parámetros referidos a continuación serán objeto de acreditación: Aforo, Muestreo fisicoquímico y microbiológico, Oxígeno Disuelto, Sólidos, Demanda Bioquímica de Oxígeno, Turbiedad, Conductividad, Potencial de Hidrogeno y Grasas y Aceites. Este Manual no incluye la validación que debe hacerse a cada uno de los métodos aquí recopilados.

El Manual de Higiene y Seguridad contempla todos los aspectos básicos a tener en cuenta en lo referente al comportamiento y forma de actuar en la cotidianidad y en casos de emergencia dentro y fuera del Laboratorio.

SUMMARY

Due of the necessity of offering a better service in The Laboratory of Waters of the Surcolombiana University becomes obligatory to have with a certified level of quality for the competent authorities. To obtain this objective carries out the project “ACCREDITATION OF LABORATORY OF WATERS OF THE SURCOLOMBIANA UNIVERSITY – RULE ISO 17025:2005. STEP 1”, with the purpose of elaborate the necessary documentation to carry out this process, that witch includes the implementation of the Administration Quality System.

Like a fundamental step in the implementation of the Administration Quality System it was necessary to make a detailed diagnosis of all opposing environments inside the Laboratory that were not kept in mind by the existent rules not only by ISO 17025:2005, but also, in the other rules that govern the level of quality like ISO 9001:2008 and the rules applied inside the Surcolombiana University: MECI 1000:2005 and the NTC-GP 1000:2004.

With base in this diagnosis the strengths and weaknesses of the Laboratory was determined, that witch allowed define the real necessities and, so it, elaborate the necessary documents to cover the detected weaknesses.

The Quality Manual that covers the analysis procedures that taking place in the permanent installations of the Laboratory, in places out of the Laboratory or in temporal installations or associated mobiles, so it, the activities that are related with this analysis and all administrative procedures regarding to the handling of documentation and reports.

The Management Procedures Manual contains administrative procedures that are performed at the Laboratory of Waters of the Surcolombiana University.

The Technical Procedures Manual describes the methodology to make the different activities and rehearsal test provided by the Laboratory. The parameters related after will be object of accreditation: Seating capacity, Sample physicochemical and microbiological, dissolved oxygen, Solids, Biochemical Oxygen Demand, Turbidity, Conductivity, Hydrogen Potential and Grease and Oil.

The Health and Security Manual that provides all the basics to consider in relation to behavior and way of acting in the everyday and in emergency inside and outside the Laboratory.

INTRODUCCIÓN

Debido a los requerimientos de la sociedad actual y a la legislación emanada por el gobierno nacional específicamente la Ley 872 de 2003 en la cual se crean “Los Sistemas de Gestión de la Calidad en Entidades Prestadoras de Servicio”, los laboratorios en las distintas áreas han tenido que incorporar en su quehacer diario Sistemas de Calidad para satisfacer las expectativas de los usuarios. Por este motivo, la Universidad Surcolombiana y en su nombre la Vicerrectoría de Investigaciones y Proyección Social está interesada en acreditar la competencia técnica de sus Laboratorios, por lo que centra el trabajo en la aplicación de normas generales y específicas como lo son: La NTC-ISO 9001:2008, NTC-ISO 17025:2005, NTC-GP 1000.2004 y la norma MECI 1000.2005, adecuando su organización y funcionamiento a las recomendaciones actuales.

La aplicación de la normatividad vigente específica para entidades que brindan servicios de laboratorios es la norma NTC-ISO 17025:2005 titulada “Requisitos generales para la competencia de laboratorio de calibración y ensayo”, tiene como propósito indicar la dirección que asegure la calidad del trabajo; en ella se establecen los criterios generales para el funcionamiento de los laboratorios de ensayo, incluyendo identidad legal, imparcialidad, independencia e integridad, competencia técnica, cooperación y obligaciones del Laboratorio con sus usuarios. Esta norma facilita la cooperación entre laboratorios, así como entre organismos, y apoya el intercambio de información y experiencia.

Los objetivos propuestos durante el desarrollo de este trabajo, consisten en evaluar las condiciones en las cuales se encuentra el Laboratorio de Aguas respecto a lo estipulado en la normatividad, y de acuerdo a este diagnóstico proponer planes de acción que contribuyan al mejoramiento del Laboratorio en lo que se refiere a su lineamiento con los Sistemas de Calidad. Adicionalmente se elaborará y pondrá en consideración la documentación base para la implementación de un Sistema de Calidad que contribuya al mejoramiento continuo de los servicios ofrecidos en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

1. JUSTIFICACIÓN

El Laboratorio de aguas de la Universidad Surcolombiana (LAUS) además de la prestación de servicios Académicos quiere posicionarse en el mercado local y nacional como empresa líder en servicios de monitoreo de aguas, para atender las necesidades de la industria del sector público y privado, con altos estándares de calidad para asegurar confiabilidad y credibilidad en el servicio a sus clientes.

Los laboratorios ambientales son las entidades encargadas de evaluar los parámetros físicos, químicos y biológicos que determinan la calidad del agua. Según la normatividad internacional estos organismos deben poseer un certificado que los acredite como un ente con capacidad para desarrollar estas labores. En Colombia el IDEAM y la Superintendencia de Industria y Comercio son las entidades encargadas de otorgar el certificado de acreditación a los laboratorios ambientales.

En la Geografía del país existen varios laboratorios acreditados que se rigen bajo la norma NTC-ISO 17025:2005; sin embargo la Zona sur del país se encuentra desprovista de laboratorios ambientales que cumplan con la normatividad vigente, para garantizar que las mediciones y ensayos realizables sean confiables.

Por las consideraciones mencionadas anteriormente reviste gran importancia estar certificados y acreditados por un organismo que asegure que esta organización tiene implementado un sistema de gestión de calidad a todos sus procesos organizativos y además certifique su competencia técnica dando validez a los resultados emitidos; aplicando para tal propósito la normatividad vigente respecto a sistemas de gestión de calidad con el fin de asegurar que todas las labores ejecutadas en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana LAUS estén salvaguardadas hasta cierto punto de factores adversos que tienden a distorsionar y disminuir el grado de confiabilidad de los procedimientos y análisis llevados a cabo; de esta forma se disminuyen los errores cometidos durante la realización de pruebas y a su vez se crea una metodología de mejoramiento constante.

Entre los beneficios que se logran con la implementación de esta normatividad esta la incorporación de nuevas oportunidades de mercado, reservado para aquellos laboratorios que consiguen demostrar su competencia técnica.

La implementación de estos sistemas de gestión de calidad beneficia a las empresas, al estado y a la sociedad en general. La confianza en la competencia de los laboratorios es requerida con frecuencia para asegurar la calidad y confiabilidad de una prueba y análisis referente a riesgos ambientales, de salud o

de seguridad, por empresas para determinar la condiciones de su materias primas empleadas en la elaboración de sus productos, cuando éstas necesitan ensayar nuevos productos, o para asegurarse que sus productos terminados se encuentran aptos para la comercialización.

Además la implementación de este Sistema de Gestión de la calidad promoverá que la Universidad Surcolombiana aplique estándares internacionales de tal forma que se encuentre a la par de otras instituciones del orden nacional e internacional lo cual permitirá que los análisis obtenidos sean convalidados con los de cualquier laboratorio igualmente acreditado con la normatividad ISO 17025:2005 logrando con esto una mayor credibilidad y reconocimiento no solo en los servicios de análisis, sino también en proyectos de investigación y proyección social adelantados por la Universidad en la temática del agua.

2. GENERALIDADES DEL LABORATORIO

El Laboratorio de aguas de la Universidad Surcolombiana es una sección técnica adscrita a la facultad de ingeniería que cumple funciones misionales como son apoyo a la docencia, a la investigación y a trabajos de proyección social solidaria y remunerada, desarrollados en distintos programas de la institución. Cuenta con el apoyo administrativo del instituto de ensayos e investigaciones (IDEI), la Decanatura de Ingeniería y demás directivos de la Universidad.

La concepción sobre la implementación de esta unidad se originó de la experiencia del Centro de Investigaciones y Desarrollo Científico (CIDEI) y la Facultad de Ingeniería, concerniente en la realización de estudios sobre aguas naturales, potables y residuales, efectuados por solicitud de particulares y entidades regionales. Así mismo por las necesidades de apoyo a proyectos de extensión e investigación desarrollados por la Universidad, dirigidos a la evaluación de recursos hídricos y de sus problemas de contaminación.

El Laboratorio recibe apoyo científico y técnico de personal especializado que presta servicio parcial o total a proyectos específicos, en los centros de investigación de las diferentes facultades de la Universidad y a otras Instituciones. El Laboratorio inicio sus labores en el año de 1990 con sede en el tercer piso del bloque de ingeniería donde sigue funcionando. El Laboratorio ha sido de gran utilidad a nivel regional y nacional en análisis químicos de productos como calizas, dolomitas y control de calidad de sulfato de aluminio para el tratamiento de aguas. Así mismo en el análisis de aguas a empresas como: ARGOSY, ENERGY INTERNATIONAL (Putumayo), HIDRA LTDA (Pereira), CENTRAL HIDROELECTRICA DE BETANIA, CORPORACION AUTONOMA REGIONAL DEL ALTO MAGDALENA (CAM), BAVARIA S.A, COCA COLA, POSTOBON, PETROCOL LTDA, ECOPETROL, DOLOMITA RIVERA, HOCOL S.A, PETROBRAS INTRENATIONAL, AVICOLA SANTANDER, INDUSTRIA LICORERA DEL HUILA, ACUEDUCTO DE NEIVA, CEMENTOS DIAMANTE, UNIIVERSIDAD CATOLICA DE ORIENTE (Antioquia), Laboratorio de Pruebas Especiales de la USCO, GRANTIERRA Putumayo, Municipios varios del departamento del Huila entre otros.

En la actualidad el laboratorio brinda a los estudiantes de ingeniería agrícola, de petróleos y de la especialización en ingeniería ambiental un curso de capacitación teórico-práctico de "Calidad de Aguas". Además la coordinación atiende solicitudes de charlas y prácticas de laboratorio para estudiantes adscritos a los programas de Ciencias Naturales y Educación Ambiental y Acuicultura. Así mismo se presta servicio de asesoría a proyectos de investigación y proyección social. La principal

línea de acción contempla el Monitoreo de aguas superficiales, subterráneas, tratadas y residuales.

El Laboratorio de aguas de la Universidad Surcolombiana (LAUS) además de los servicios prestados a la Academia quiere posicionarse en el mercado local y nacional como empresa líder en servicios de monitoreo de aguas, para atender las necesidades de la industria del sector público y privado, con los más altos estándares de calidad para asegurar confiabilidad y credibilidad en el servicio a sus clientes.

La estructura organizacional del Laboratorio se muestra en la figura 1.

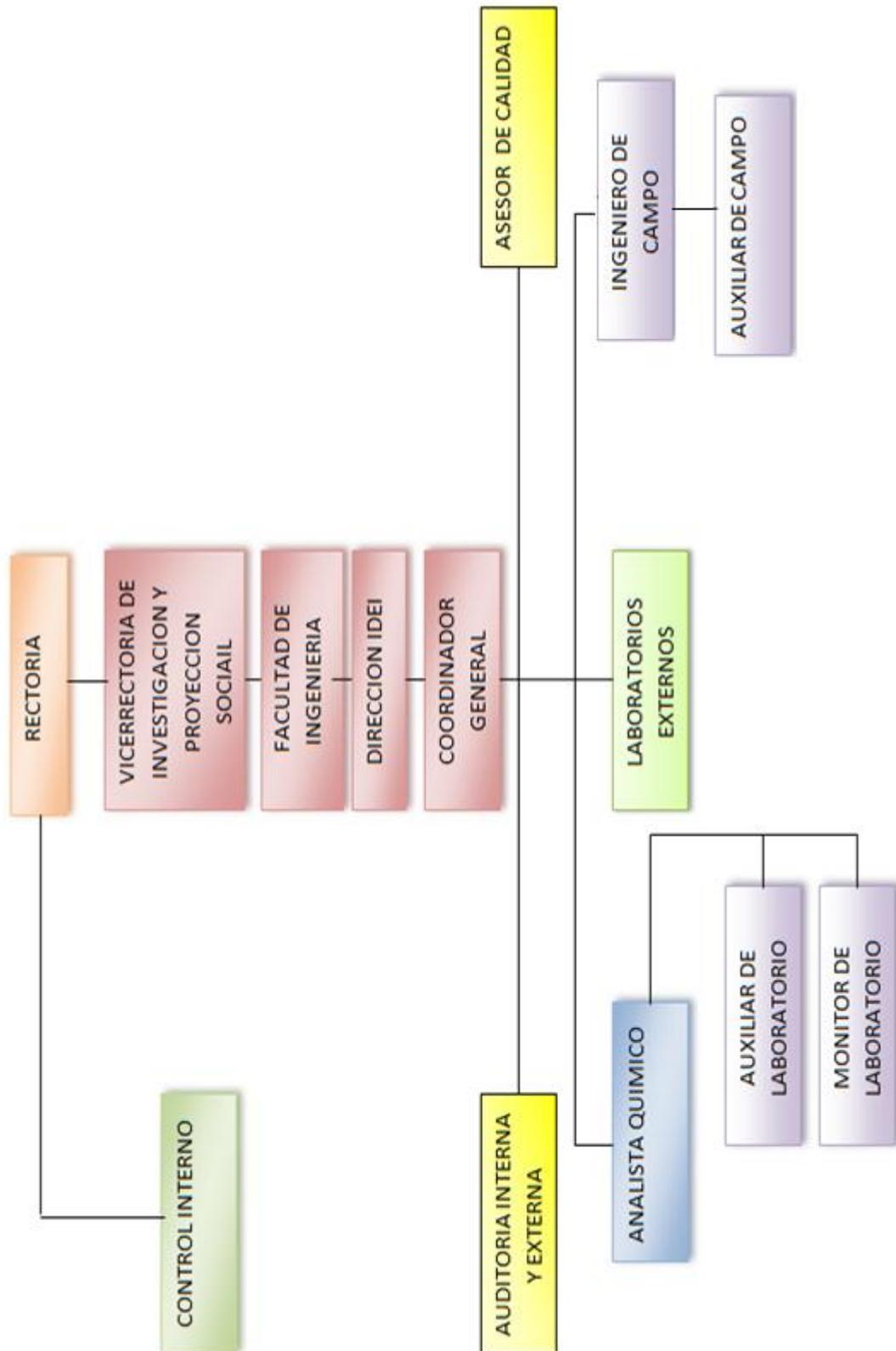


Figura 1. Estructura organizacional del Laboratorio

3. SISTEMA DE GESTIÓN

Un sistema de gestión es un conjunto de los siguientes elementos: procesos, procedimientos, estructura organizacional, y recursos. Estos elementos están mutuamente relacionados, interactúan y tienen definida su orientación mediante una política y los correspondientes objetivos, donde las actividades están coordinadas para dirigir y controlar (gestionar) una organización, de tal manera que sea eficaz y eficiente, es decir, se logren los objetivos y se optimice la utilización de los recursos que tiene su alcance.

Estas actividades de dirección y control se pueden agrupar como sigue:

Planificación: orientada al establecimiento de objetivos y la especificación de los procesos y los recursos;

Control: orientada al cumplimiento de los requisitos (conformidad);
Aseguramiento: orientada a generar confianza en que se cumplirán los requisitos;

Mejora: orientada a aumentar la capacidad para cumplir con los requisitos.

La norma NTC-ISO/IEC17025 para laboratorios, las normas del sistema de gestión de la calidad y los enfoques basados en la mejora son medios para incrementar la satisfacción del cliente y la competitividad de la empresa, y no son excluyentes entre sí.

Los sistemas de gestión no deberían resultar en una burocracia o un papeleo excesivos ni tampoco en una falta de flexibilidad. Se debe recordar que todas las empresas ya disponen de una estructura de gestión y que ésta debería ser la base sobre la que se construya el sistema. La organización puede descubrir que ya está cumpliendo muchos de los requisitos incluidos en la norma, aunque no se haya dejado constancia del modo en que se satisfacen.

3.1 SISTEMA DE GESTIÓN DE LA CALIDAD

Algunos clientes, tanto en el sector público como en el privado, buscan la confianza que puede proporcionar una empresa dotada de un sistema de gestión eficaz.

Si bien la satisfacción de estas expectativas es un motivo para disponer de un sistema de gestión, existen otras razones que surgen desde varias perspectivas como vemos a continuación.

Desde el punto de vista de la empresa, las ventajas son:

- La mejora del desempeño y la productividad de su empresa.
- El fortalecimiento de los objetivos de su empresa y lo que esperan sus clientes.
- El logro y mantenimiento de la calidad de sus productos y servicios, a fin de satisfacer las exigencias y las necesidades implícitas de sus clientes.
- La confianza de que la calidad que se persigue, se alcanza y se mantiene.
- La apertura de nuevas oportunidades de mercado o conservación de la cuota de mercado ya obtenida.
- La obtención de reconocimiento mediante certificación/acreditación de la gestión empresarial.
- La oportunidad de competir en pie de igualdad con organizaciones mayores (por ejemplo, la capacidad de licitar o presentar presupuestos).
- La conquista de nuevos clientes que buscan organismos certificados o acreditados que demuestren su credibilidad y competencia técnica, condición incuestionablemente consolidada por la adopción de sistemas de gestión.
- El aumento de la confianza de los clientes con respecto a los resultados emitidos o servicios prestados por la organización, ya que se puede evidenciar y recuperar fácilmente la información requerida por los clientes, entidades de inspección y evaluación o por la misma organización.
- El establecimiento de metodologías de evaluación objetivas fundamentadas en la independencia y competencia del personal que las realiza.
- El acceso a intercambio de información técnica especializada de la cual la compañía se beneficia.

- La detección de oportunidades de mejora a través de la autoevaluación y el mercadeo de los servicios especificados en el alcance del sistema de gestión.

Desde la percepción del usuario, la adopción de sistemas de gestión por parte de los laboratorios que le proveen servicios ofrece las siguientes ventajas:

- Mayor valor agregado en términos de la confiabilidad de los certificados y/o informes de servicio emitidos.
- Garantía de que los productos/servicios son realizados por organismos idóneos sistemáticamente evaluados por personal competente e independiente, sin conflictos de intereses.
- Conquista de nuevos mercados, posibilitando el aumento de exportaciones de productos, como consecuencia del reconocimiento establecido entre organismos de certificación/acreditación que aseguran la aceptación de los resultados/productos o servicios a nivel internacional.

Si bien un sistema de gestión en un laboratorio puede contribuir al cumplimiento de las expectativas tanto de sus clientes como de las partes interesadas, debe recordarse que dicho sistema no es más que un medio para alcanzar los objetivos establecidos por la organización y no un fin en sí mismo.

Un sistema de gestión, por sí mismo, no conducirá forzosamente a una mejora de los procesos de trabajo o de la calidad de su producto o servicio; no solucionará todos sus problemas; es un medio para facilitar la adopción de un enfoque más sistemático de cara a los objetivos de su actividad.

Usted debe proponerse mejorar sus beneficios con el fin de justificar la inversión necesaria para implementar y mantener el sistema de gestión.

3.2 DESCRIPCION DE LA NORMA ISO/IEC 17025:2005

REQUISITOS GENERALES PARA LA COMPETENCIA DE LABORATORIOS DE ENSAYO Y CALIBRACIÓN

En el año 1990 se realizó la última revisión de la Guía ISO/IEC 25, con la cual se logró un gran avance en la implementación de sistemas de calidad en laboratorios que deseaban les fuera reconocida su capacidad de competencia. Posteriormente se recopiló la experiencia con la Guía ISO/IEC 25 e ISO 9000 y se conformó la norma ISO/IEC 17025, la cual propone una serie de requisitos del sistema de gestión y técnicos, que un laboratorio de ensayo y calibración debe cumplir para demostrar su idoneidad técnica para satisfacer las necesidades de sus clientes. Los laboratorios ambientales de Colombia que deseen acreditarse ante el IDEAM, deben implementar su sistema de calidad, así como elaborar su manual de calidad, bajo los lineamientos de la norma ISO/IEC 17025, ya que aunque son varias las equivalencias de esta norma con la ISO 9000 y las dos se conciben bajo una misma filosofía, existen aspectos específicos que solo contempla la ISO/IEC 17025 y no se ven reflejados en un sistema de calidad ISO 9000. Ver Figura 2.

Principios de la ISO/IEC 17025	
	Transparencia del Proceso
	Reproducibilidad del Ensayo
	Trazabilidad de las Mediciones
	Imparcialidad
	Objetividad de los Resultados
	Método Científico
	Responsabilidad
	Capacidad

Figura 2. Principios de la ISO/IEC 17025

3.3 CORRESPONDENCIA ENTRE LAS NORMAS.

3.3.1 Norma ISO 9001:2008

Esta norma internacional especifica los requisitos para un sistema de gestión de la calidad, cuando una organización:

a) Necesita demostrar su capacidad para proporcionar de forma coherente productos que satisfagan los requisitos del cliente y los reglamentarios aplicables.

b) Aspira a aumentar la satisfacción del cliente a través de la aplicación eficaz del sistema, incluidos los procesos para la mejora continua del sistema y el aseguramiento de la conformidad con los requisitos del cliente y los reglamentarios aplicables.

La Norma ISO 9001:2008 ha reducido significativamente los requisitos de documentación y establece menos preceptos que la versión 1994 de la misma norma. Permite mayor flexibilidad a la organización en cuanto a la forma que escoge para documentar su sistema de gestión de la calidad (SGC). Esto permite que cada organización desarrolle la mínima cantidad de documentación necesaria a fin de demostrar la planificación, operación y control eficaces de sus procesos y la implementación y mejora continua de la eficacia de su SGC.

Se debe hacer énfasis en el hecho de que la Norma ISO 9001 requiere (y siempre ha requerido) un *“sistema de gestión de la calidad documentado”*, y no un *“sistema de documentos”*.

Esta norma internacional promueve la adopción de un enfoque basado en procesos cuando se desarrolla, implementa y mejora la eficacia de un sistema de gestión de la calidad, para aumentar la satisfacción del cliente mediante el cumplimiento de sus requisitos.

Para que una organización funcione de manera eficaz, tiene que identificar y gestionar numerosas actividades relacionadas entre sí. Una actividad que utiliza recursos, y que se gestiona con el fin de permitir que los elementos de entrada se transformen en resultados, se puede considerar como un proceso. Frecuentemente el resultado de un proceso constituye directamente el elemento de entrada del siguiente proceso.

La aplicación de un sistema de procesos dentro de la organización, junto con la identificación e interacciones de estos procesos, así como su gestión, puede denominarse como "enfoque basado en procesos".

3.3.2 NORMA TÉCNICA DE CALIDAD EN LA GESTIÓN PÚBLICA NTCGP 1000:2004

Esta norma está dirigida a todas las entidades, y tiene como propósito mejorar su desempeño y su capacidad de proporcionar productos y/o servicios que respondan a las necesidades y expectativas de sus clientes.

La orientación de esta norma promueve la adopción de un enfoque basado en los procesos, el cual consiste en identificar y gestionar, de manera eficaz, numerosas actividades relacionadas entre sí. Una ventaja de este enfoque es el control continuo que proporciona sobre los vínculos entre los procesos individuales que hacen parte de un sistema conformado por procesos, así como sobre su combinación e interacción.

Como base para la elaboración de este documento se han empleado las normas internacionales de la serie ISO 9000:2000 sobre gestión de la calidad. En esta medida, la implementación de la presente norma permite el cumplimiento de la norma internacional ISO 9001:2000, puesto que ajusta la terminología y los requisitos de ésta a la aplicación específica en las entidades. Sin embargo, la presente norma integra requisitos y conceptos adicionales a los del estándar ISO.

En la Tabla Numero 1 mostrada a continuación se presenta una correlación entre los requisitos de esta norma, los de la ISO 9001:2008 y los de la ISO/EIC 17025:2005.

MECI 1000:2005		NTCGP 1000:2004		ISO 9001:2008		ISO 17025	
TEMA	NUMERA L	TEMA	NUMERA L	TEMA	NUMERA L	TEMA	NUMERA L
Introducción	1	Introducción	1	Introducción	0	Introducción	0
Generalidades	1.1	Generalidades	1.1	Generalidades	0.1	Generalidades	0.1
Estructura de control	1.1			Enfoque basado en procesos	0.2		
N.A		N.A		Relación con la norma ISO 9004	0.3	Relación con la norma ISO 9004	N.A
Principios de modelo estándar de control interno	1.2	Principios de gestión de la calidad para la rama ejecutiva del poder público y otras entidades prestadoras de servicios	1.2	N.A		N.A	
Compatibilidad con otros sistemas	1.3	Compatibilidad con otros sistemas de gestión	1.3	Compatibilidad con otros sistemas de gestión	0.4	Compatibilidad con otros sistemas de gestión	0.2
Objeto	2	Objeto y campo de aplicación	2	Objeto y campo de aplicación	1	Objeto y campo de aplicación	1
Objetivo de control de cumplimiento							
Componente actividades de control	2.1	Objeto	2.1	Generalidades	1.1	Requisitos generales	1.1
N.A		Aplicación	2.2	Aplicación	1.2	Aplicación	1.2
N.A		N.A		Referencias normativas	2	documentos normativos para consulta	2
Términos y definiciones	3	Términos y de Definiciones	3	Términos y de Definiciones	3	Términos y de Definiciones	3
Evaluación de sistema de control interno	3.2.1	Acción correctiva	3.1	N.A		N.A	
Información primaria	2.2.1	Cliente	3.10				
Comunicación informativa	2.3.2						

Sistemas de información	2.2.3	Documento	3.18				
Evaluación del sistema de control interno	3.2.1	Acción preventiva	3.2				
Modelo de operación por procesos	1.2.2	Enfoque basado en los procesos	3.22				
Información primaria	2.2.1	Equipo de medición	3.24				
Sistemas de información	2.2.3						
Estructura organizacional	1.2.3	Estructura de la entidad	3.26				
Auditoría interna	3.2.2						
Sistemas de información	2.2.3						
Procedimientos	2.1.2	Procedimiento	3.38				
Modelo de operación por procesos	1.2.2	Proceso	3.39				
Procedimiento	2.1.2						
Responsabilidad de la alta dirección	5.1	Alta dirección	3.4				
Componente administración del riesgo	1.3	Riesgo	3.46				
N.A		Sistema de gestión de la calidad	4	Sistema de gestión de la calidad	4	Requisitos relativos a la gestión	4
N.A		Requisitos generales	4.1	Requisitos generales	4.1	organización	4.1
Componente de comunicación pública	2.3	Gestión documental	4.2	Requisitos de la documentación	4.2	Control de documentos	4.3
Objetivos del control de ejecución							
N.A		Generalidades SGC	4.2.1	Generalidades	4.2.1	generalidades	4.3.1
Manual de	2.1.5	Manual de la calidad	4.2.2	Manual de la calidad	4.2.2	Manual de calidad	4.2.6

procedimientos							
N.A		Control de documentos	4.2.3	Control de documentos	4.2.3	Control de documentos	4.3
Información secundaria	2.2.2	Control de los registros	4.2.4	Control de los registros	4.2.4	Control de los registros	4.13
Roles y responsabilidades	5	Responsabilidad de la dirección	5	Responsabilidad de la dirección	5	Responsabilidad de la dirección	4.2.4
Estilo de dirección	1.1.3	Compromiso de la dirección	5.1	Compromiso de la dirección	5.1	Compromiso de la dirección	4.2.3
Responsabilidad de la alta dirección	5.1						
N.A		Enfoque al cliente	5.2	Enfoque al cliente	5.2	Enfoque al cliente	4.4.1
Acuerdos, compromisos o protocolos éticos	1.1.1	Política de la calidad	5.3	Política de la calidad	5.3	Política del sistema de gestión de calidad	4.2.2
Políticas de operación	2.1.1	Planificación	5.4	Planificación	5.4	Planificación	5.2.4
N.A		Objetivos de la calidad	5.4.1	Objetivos de la calidad	5.4.1	Objetivos de la calidad	4.2.2 c)
N.A		Planificación del sistema de gestión de la calidad	5.4.2	Planificación del sistema de gestión de la calidad	5.4.2	Planificación del sistema de gestión de la calidad	4.2.1
N.A		Responsabilidad, autoridad y comunicación	5.5	Responsabilidad, autoridad y comunicación	5.5	Responsabilidad, autoridad y comunicación	4.1.5
N.A		Responsabilidad y autoridad	5.5.1	Responsabilidad y autoridad	5.5.1	Responsabilidad y autoridad	4.1.5 a),f),h)
Representante de la dirección	5.2	Representante de la dirección	5.5.2	Representante de la dirección	5.5.2	Representante de la dirección	4.1.5 i)
Comunicación organizacional	2.3.1	Comunicación interna	5.5.3	Comunicación interna	5.5.3	Procesos de comunicación apropiados dentro del laboratorio	4.1.6
Medios de comunicación	2.3.3						
N.A		Revisión por la dirección	5.6	Revisión por la dirección	5.6	Revisión por la dirección	4.15

Estilo de dirección	1.1.3	Generalidades	5.6.1	Generalidades	5.6.1	Generalidades de la alta dirección	4.15.1
N.A		Información para la revisión	5.6.2	Información para la revisión	5.6.2	Información para la revisión	4.15.2
N.A		Resultados de la dirección	5.6.3	Resultados de la dirección	5.6.3	Resultados de la dirección	4.15
N.A		Gestión de los recursos	6	Gestión de los recursos	6	Gestión de los recursos	5.4.3
Etapa 1 planeación al diseño e implementación del sistema de control	6.1	Provisión de recursos	6.1	Provisión de recursos	6.1	Selección de los métodos, métodos desarrollados por el laboratorio, métodos no normalizados	5.4.2
							5.4.3
Interno	6.1						5.4.4
Desarrollo del talento humano	1.1.2	Talento humano	6.2	Recursos humanos	6.2	personal	5.2
N.A		Generalidades gestión de recursos	6.2.1	Generalidades gestión de recursos	6.2.1	Generalidades gestión de recursos	5.2.1
Servidores públicos y o particulares que ejercen funciones publicas	5.4	Competencia, toma de conciencia y formación	6.2.2	Competencia, toma de conciencia y formación	6.2.2	Competencia, toma de conciencia y formación	5.2.3
Medios de comunicación	2.3.3	Infraestructura	6.3	Infraestructura	6.3	Instalaciones y condiciones ambientales	5.3
Etapa 4 normograma sistema de control interno	6.4						
Componente ambiente de control	1.1	Ambiente de trabajo	6.4	Ambiente de trabajo	6.4	Ambiente de trabajo	5.3.1 5.3.5
Objetivos del control de ejecución		Realización del producto y o prestación del servicio	7	Realización del producto y o prestación del servicio	7	Factores de confiabilidad de los ensayos	5.1.1
Componente de direccionamiento estratégico	1.2	Planificación de la realización del producto y o prestación del servicio	7.1	Planificación de la realización del producto y o prestación del servicio	7.1	Generalidades de los requisitos técnicos	5.1

Subsistema de control de gestión	2						
N.A		Procesos relacionados con el cliente	7.2	Procesos relacionados con el cliente	7.2	Registros de las conversaciones mantenidas con los clientes	4.2.2
N.A		Determinación de los requisitos relacionados con el producto y o servicio	7.2.1	Determinación de los requisitos relacionados con el producto	7.2.1	Procedimientos para la revisión de pedidos, las ofertas y los contratos.	4.4.1 4.4.3
N.A		Revisión de los requisitos relacionados con el producto y o servicio	7.2.2	Revisión de los requisitos relacionados con el producto	7.2.2		
Comunicación informativa	2.3.2	Comunicación con el cliente	7.2.3	Comunicación con el cliente	7.2.3	Comunicación con el cliente	4.4.4
Objetivo del control de información							
Objetivos del control estratégico		Diseño y desarrollo	7.3	Diseño y desarrollo	7.3	Requisitos técnicos, Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos, aseguramiento de la calidad de ensayos de calibración.	5 5.4 5.9
Subsistema de control estratégico	1						
N.A		Planificación del diseño y desarrollo	7.3.1	Planificación del diseño y desarrollo	7.3.1		
N.A		Elementos de entrada para el diseño y desarrollo	7.3.2	Elementos de entrada para el diseño y desarrollo	7.3.2		
Componente de evaluación independiente	3.2						
N.A		Resultados del diseño y desarrollo	7.3.3	Resultados del diseño y desarrollo	7.3.3		
Políticas de administración de riesgos	1.3.5	Revisión del diseño y desarrollo	7.3.4	Revisión del diseño y desarrollo	7.3.4		
Componente auto	3.1						

evaluación							
Auto evaluación del control	3.1.1						
Políticas de administración del riesgos	1.3.5	Verificación del diseño y desarrollo	7.3.5	Verificación del diseño y desarrollo	7.3.5		
N.A		Validación de diseño y desarrollo	7.3.6	Validación de diseño y desarrollo	7.3.6		
N.A		Control de los cambios del diseño y desarrollo	7.3.7	Control de los cambios del diseño y desarrollo	7.3.7		
N.A		Adquisición de bienes y servicios	7.4	Compras	7.4	Compras de servicios y de suministros	4.6
N.A		Procesos para la adquisición de bienes y servicios	7.4.1	Procesos de compras	7.4.1	Políticas y procedimientos para la selección y la compra de los servicios y suministros, verificación de los servicios, evaluación a los proveedores de productos y servicios	4.6.1 4.6.2 4.6.4
N.A		Información para la adquisición de bienes y servicios	7.4.2	Información de las compras	7.4.2	Información de las compras	4.6.3
N.A		Verificación de los productos y o servicios contratados	7.4.3	Verificación de los productos comprados	7.4.3	Verificación de los productos comprados	4.6.2
N.A		Producción y prestación de servicios	7.5	Producción y prestación de servicios	7.5	Requisitos técnicos	5
Componente de direccionamiento estratégico	1.2	Control de la producción y de la prestación de servicio	7.5.1	Control de la producción y de la prestación de servicio	7.5.1	Control de la producción y de la prestación de servicio	5.1
Componente auto	3.1	Validación de los procesos	7.5.2	Validación de los procesos	7.5.2	Personal autorizado	5.2.5

evaluación		de producción y de la prestación de servicios		de producción y de la prestación de servicios		para realizar tipos particulares de ensayo. Selección de los métodos. Validación de los métodos.	5.4.2 5.4.5
N.A		Identificación y trazabilidad	7.5.3	Identificación y trazabilidad	7.5.3	Identificación y trazabilidad	5.8.2
N.A		Propiedad del cliente	7.5.4	Propiedad del cliente	7.5.4	Propiedad del cliente Manipulación de los ítems de ensayo o de calibración.	4.1.4 c) 5.8
N.A		Preservación del producto	7.5.5	Preservación del producto	7.5.5	Preservación del producto. Acciones preventivas. Manipulación de los ítems de ensayo o de calibración. Informe de resultados.	4.6.1 4.12 5.8 5.10
Subsistema de evaluación	3	Control de los dispositivos de seguimiento y de medición	7.6	Control de los dispositivos de seguimiento y de medición	7.6	Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos. Equipos.	5.4 5.5
Objetivos del control de evaluación							
Auto evaluación del control	3.1.1						
Controles	2.1.3	Medición, análisis y mejora	8	Medición, análisis y mejora	8	Mejora.	4.10
Objetivos del control de evaluación							
Subsistema de evaluación	3						
Auto evaluación a la gestión	3.1.2						
Evaluación del sistema	3.2.1						

de control interno							
Control interno	6.3						
N.A		Generalidades medición, análisis y mejora	8.1	Generalidades	8.1	Métodos de ensayo y de calibración y validación de los métodos. Mejora. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y calibración.	5.4 4.10 5.9
N.A		Seguimiento y medición	8.2	Seguimiento y medición	8.2	Mejora.	4.10
N.A		Satisfacción del cliente	8.2.1	Satisfacción del cliente	8.2.1		
Auditoría interna	3.2.2	Auditoría interna del sistema de gestión de la calidad	8.2.2	Auditoría interna	8.2.2	Auditorías adicionales. Auditoría a interna.	4.11.5 4.14
Planes de mejoramiento por procesos	3.3.2	Seguimiento medición de los procesos	8.2.3	Seguimiento medición de los procesos	8.2.3	Auditorías adicionales. Auditoría a interna. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de calibración.	4.11.5 4.14 5.9
Plan de mejoramiento institucional	3.3.1	Seguimiento y medición del producto y o servicio	8.2.4	Seguimiento y medición del producto	8.2.4	Subcontratación de ensayos y calibración. Compras de servicios y de suministros. Control de trabajos de ensayo o de calibración no conforme. Equipos y software. Préstamo de equipos. Manipulación de los ítems de ensayo o de	4.5 4.6 4.9 5.5.2 5.5.9 5.8 5.8.3 5.8.4 5.9

						calibración. Registro de anomalías y desvíos de los ítems respecto a los métodos de ensayo. Conservación de los ítems de ensayo o de calibración. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de la calibración.	
Plan de mejoramiento institucional	3.3.1	Control del producto y o servicio no conforme	8.3	Control del producto no conforme	8.3	Control de trabajos de ensayos o de calibraciones no conformes.	4.9
Indicadores	2.1.4	Análisis de datos	8.4	Análisis de datos	8.4	Mejoras. Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y de la calibración.	4.10 5.9
Componente información	2.2						
Sistemas de información	2.2.3						
N.A		Mejora	8.5	Mejora	8.5	Mejora	4.10
Componente planes de mejoramientos	3.3	Mejora continua	8.5.1	Mejora continua	8.5.1	Acciones preventivas.	4.12
N.A		Acción correctiva	8.5.2	Acción correctiva	8.5.2	Acciones correctivas. Acciones preventivas	4.11 4.12
N.A		Acción preventiva	8.5.3	Acción preventiva	8.5.3	Control de trabajos de ensayos o de calibraciones no conformes. Acciones correctivas. Acciones preventivas.	4.9 4.11 4.12

Contexto estratégico	1.3.1	N.A		N.A		N.A	
Identificación de eventos	1.3.2	N.A		N.A		N.A	
Análisis de riesgo	1.3.3	N.A		N.A		N.A	
Valoración del riesgo	1.3.4	N.A		N.A		N.A	
Planes de mejoramiento individual	3.3.3	N.A		N.A		N.A	
Comité de coordinación de control interno	5.3	N.A		N.A		N.A	
Oficinas de control interno, unidad de auditoría o quien haga sus veces	5.5	N.A		N.A		N.A	
Implementación del modelo estándar de control interno	6	N.A		N.A		N.A	
Etapas 2 diseño e implementación del sistema de control interno	6.2	N.A		N.A		N.A	
Etapas 3 evaluación a la implementación de modelo estándar de control interno	6.3	N.A		N.A		N.A	
Etapas 4 normografía de MECI	6.4	N.A		N.A		N.A	

TABLA 1. Correlación entre los requisitos de las normas MECI 1000:2005, NTCGP 1000:2004, ISO 9001:2008 e ISO/EIC 17025:2005.

4. ESTRUCTURA DE LA DOCUMENTACIÓN DEL SISTEMA DE GESTIÓN DE CALIDAD DEL LABORATORIO DE AGUAS DE LA UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA

El sistema de gestión de calidad tiene como objetivo el asegurar la calidad de los procesos que se llevan a cabo en las instituciones y para ello debe contar con una documentación bien estructurada de forma tal que se tenga conocimiento de cada una de las actividades realizadas y además de esto que se pueda tener fácil acceso a ellos con lo cual se pueda garantizar la efectividad en la realización de dichos procesos.

A continuación se mostrará la estructura básica de soporte que tiene el LAUS en lo referente a esta documentación.

4.1 ESTRUCTURA DOCUMENTAL

Cada empresa debe personalizar y adaptar una estructura documental de acuerdo a su propia realidad y requisitos. La estratificación es importante, la distinción de niveles impone una jerarquía de documentos, plantea un orden y establece una relación simple y compatible entre las referencias. (Ver Fig. 3/ pág. 32).

4.1.1 NIVEL I: MANUAL DE CALIDAD

Describe el sistema, la política y los objetivos de calidad, establece por qué se hace, lo que se hace y quién lo autoriza. Es redactado por los miembros del comité de Calidad, revisado y aprobado por el coordinador general.

4.1.2 NIVEL II: MANUAL DE PROCEDIMIENTOS DE CALIDAD (GESTIÓN Y TÉCNICOS)

Describe las actividades necesarias para implantar los elementos del sistema de calidad en cada una de las tareas funcionales, propósito de la actividad, alcance de la actividad, responsabilidades (qué se debe hacer y quién debe hacerlo),

procedimiento (cuándo, dónde y cómo debe hacerse), cuáles materiales, equipos y documentos deben ser usados y la documentación: cómo debe ser controlada y registrada.

4.1.3 NIVEL III: REGISTROS DE CALIDAD

Documentos utilizados para recopilar información útil para evaluar el funcionamiento del sistema de gestión de calidad y así facilitar la detección de falencias y la mejora continua.

Algunos de los aspectos encontrados son:

- Grado alcanzado en los objetivos de calidad.
- Nivel de satisfacción o insatisfacción de los clientes.
- Hallazgos y resultados obtenidos.
- Bases para analizar tendencias.
- Resultados de control de proceso.
- Resultados de control de producto no conforme.
- Acciones correctivas tomadas y su efectividad.
- Desempeño de los proveedores.
- Habilidades y entrenamiento de personal.

4.1.4 NIVEL IV: MANUAL DE FUNCIONES Y DOCUMENTOS DE APOYO

Son instrucciones detalladas de trabajo que describen como la actividad debe ser ejecutada. Son generalmente utilizadas en equipos, facilidades y actividades específicas que pueden tener impacto directo en la calidad como por ejemplo: Dibujos, instrucciones de manufactura, especificaciones técnicas, de proceso o de clientes, planos, métodos de prueba, diagramas, acuerdos o contratos y otros.

Como documentos de apoyo se incluyen algunos como el Manual de Procedimientos Técnicos y el Manual de Higiene y Seguridad.

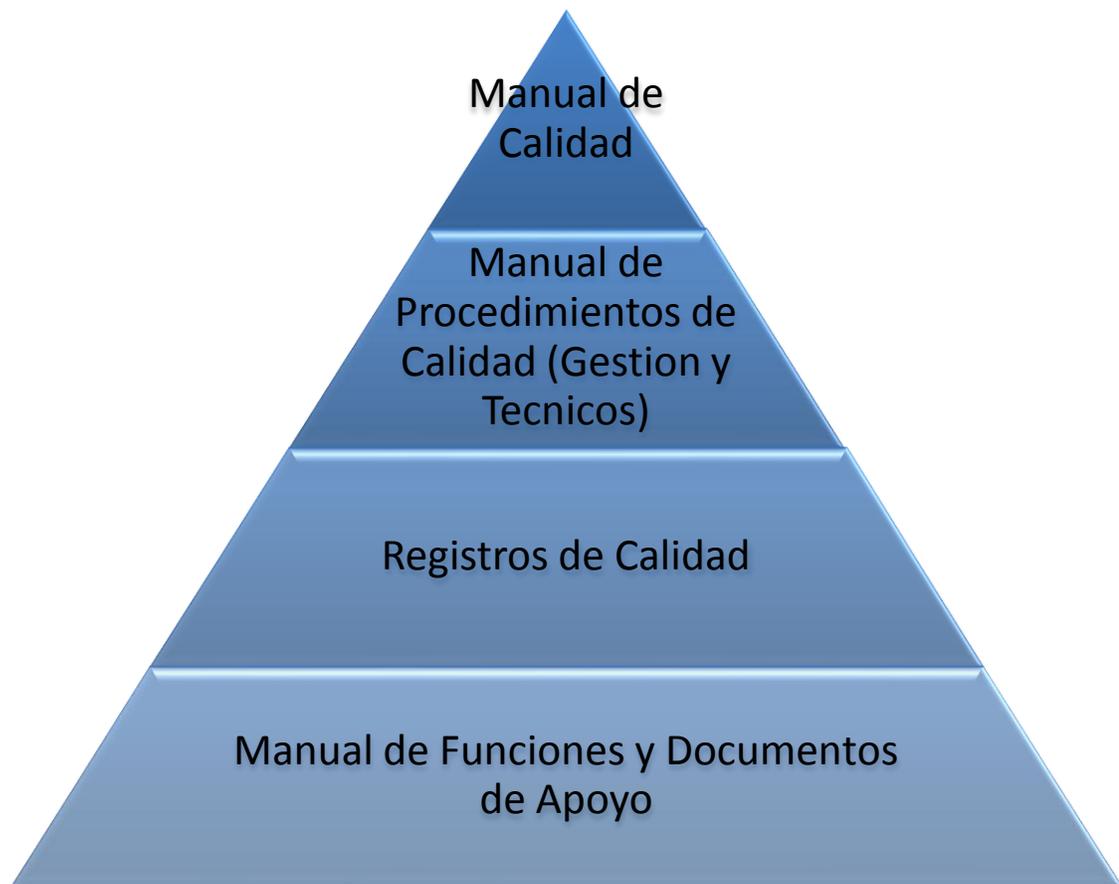


Figura 3. Estructura de la Documentación del Sistema de Calidad.

4.2 POLÍTICAS DE CODIFICACIÓN Y ESTRUCTURA DE DOCUMENTOS

En el encabezado del manual se deben tener los siguientes campos:

- Logotipo y nombre de la institución.
- Título del documento.
- Nombre del procedimiento o instructivo de trabajo.
- Código.
- Versión.
- Fecha.
- Páginas.

En el pie de página de deben tener en cuenta los siguientes campos:

- Elaboró.
- Revisó.
- Aprobó.
- Firma de la persona responsable de la elaboración.
- Firma de la persona responsable de la revisión.
- Firma de la persona responsable de la aprobación.

4.2.1 POLÍTICAS PARA LA CODIFICACIÓN DE LOS DOCUMENTOS INTERNOS DEL SISTEMA DE GESTION

La codificación de los documentos internos del Sistema de Gestión está dada por tres campos, el primero de dos letras corresponde al tipo de documento, el segundo corresponde a las siglas del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana LAUS y el tercer campo es el consecutivo de acuerdo al tipo de documento y proceso al que pertenece.

4.2.2 POLÍTICAS PARA DOCUMENTAR PROCEDIMIENTOS

Para esto se deben tener en cuenta los siguientes ítems:

- Objetivo.
- Alcance.
- Responsable.
- Referencias normativas y documentales.
- Definiciones.
- Políticas.
- Descripción de la actividad.
- Observaciones.

4.3 CONTROL DE DOCUMENTACIÓN

Se deben definir y establecer los procedimientos para controlar, revisar, actualizar e identificar adecuadamente los documentos, internos o externos, que hacen parte del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

Algunos de estos procedimientos deben incluir cosas tales como:

- Asegurar que los documentos permanezcan legibles e identificables.
- La aprobación de los documentos antes de su edición final.

5. METODOLOGÍA Y PRESENTACIÓN DEL TRABAJO

Al tratarse de un proceso de acreditación en el cual se están evaluando y certificando la calidad de los servicios ofrecidos por parte del Laboratorio, fue crucial el desarrollar un plan de trabajo que permitiera no solo el cumplir con todos los parámetros necesarios sino que, además, se pudiera hacer de forma ágil, rápida y sencilla.

Por lo anterior se desarrolló un plan que estableció cuatro etapas de trabajo desarrolladas de la siguiente manera:

5.1 PRIMERA ETAPA: Adquisición y revisión de la normatividad relacionada con certificación y acreditación de laboratorios

En esta fase se recopiló, revisó y analizó las distintas normas, leyes, decretos, resoluciones y otras de carácter internacional, nacional e institucional donde se hace mención a la normatividad que rige la implementación de los sistemas de gestión de la calidad a organizaciones tales como laboratorios.

Como resultado de lo anterior se estableció la correspondencia entre las normas que se utilizan a nivel institucional, nacional e internacional las cuales son:

- MECI 1000:2005. Modelo Estándar de Control Interno Para el Estado Colombiano.
- NTCGP 1000:2004: Norma Técnica de Calidad de la Gestión Pública.
- ISO 9001:2008. Gestión y Aseguramiento de la Calidad.
- ISO-NTC 17025. Requisitos Generales Para La Competencia de los Laboratorios de Ensayo y Calibración.

5.2 SEGUNDA ETAPA: Diagnóstico

En esta etapa se realizó una evaluación de todas y cada una de las secciones que se encuentran en el Laboratorio con miras a establecer si cumplían o no con la normatividad establecida por la norma NTC-ISO 17025, la cual constituye la base del proceso de acreditación y con cuyos resultados se pudo establecer las necesidades y mejoras necesarias en el Laboratorio.

Ver Anexo 1.

5.3 TERCERA ETAPA: Planear las actividades a efectuar para cumplir con los requisitos establecidos en la normatividad

En esta fase se determinaron las actividades a efectuar para subsanar las diferencias encontradas a través del diagnóstico y otras evaluaciones hechas internamente entre lo que tiene el Laboratorio y lo que debe tener según la norma.

Se definieron estrategias para cumplir con los requisitos establecidos en la normatividad y se realizó la estandarización de los procedimientos administrativos llevados a cabo en el Laboratorio, además de esto se elaboró un plan de acción que contempla las necesidades más inmediatas del Laboratorio con su debido costo.

Ver Anexo 1.

5.4 CUARTA FASE: Documentación

Se llevó a cabo la elaboración de algunos documentos indispensables para este proceso los cuales son:

- Manual de calidad. (ver Anexo 2)
- Manual de Funciones. (ver Anexo 3)
- Manual de procedimientos técnicos. (ver Anexo 4)
- Manual de higiene y seguridad. (ver Anexo 5)
- Manual de procedimientos de gestión. (ver Anexo 6)

También se hizo la actualización y modificación de otros documentos para cumplir con la normatividad como son:

- Organigrama del Laboratorio de Aguas. (Ver Figura 1)
- Listado de equipos de laboratorio. (Referirse a documentos internos del LAUS)
- Listado de materiales de referencia. (Referirse a documentos internos del LAUS)
- Manual de registros. (Referirse a documentos internos del LAUS)

6. CONCLUSIONES

- La implementación de la norma NTC-ISO 17025 le garantiza al Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana mejorar sus aspectos organizativos, al igual que los procesos que se llevan a cabo en las pruebas de ensayo; generando confianza en sus clientes.
- El diagnóstico realizado al laboratorio demostró que es necesario la implementación de un plan de mejoras que contemple varios aspectos tales como, vinculación de personal, adquisición de equipo y reactivos y la mejora de las instalaciones físicas.
- La documentación del sistema de gestión de calidad cumple con las especificaciones dadas en la norma NTC-ISO 17025 donde se especifica los requisitos de gestión y técnicos.
- Al implementar un sistema de gestión basado en la norma NTC-ISO 17025 se garantiza el cumplimiento de los requisitos especificados en la normatividad aplicada en la Universidad Surcolombiana constituida por las normas MECI 1000:2005 y la NTCGP 1000:2004
- La ejecución de este proyecto redundará en beneficios académicos, económicos y de reconocimiento para el Laboratorio y la Universidad, incorporando nuevas oportunidades de mercado reservadas para aquellos laboratorios que consiguen demostrar su competencia técnica.
- El estudio permitió evidenciar que el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana ha contribuido con el desarrollo de actividades académicas al interior de la institución, pero lo más relevante es la presencia en el entorno con una buena cantidad de trabajos realizados a entidades e instituciones del departamento y de Colombia.

7. RECOMENDACIONES

- Articular el trabajo entre laboratorios con miras a obtener unos lineamientos institucionales similares, logrando con esto el aprovechamiento del trabajo ya realizado y así mismo dirigiéndose a un objetivo conjunto: la acreditación.
- El personal del Laboratorio debe realizar la divulgación y aplicación de la documentación del sistema de gestión de calidad elaborado con anterioridad.
- Se debe implementar y posteriormente evaluar si el sistema de gestión de calidad cumple de manera eficaz con los propósitos para los cuales fue diseñado; esto se realiza a través de auditorías.
- Se debe actualizar periódicamente la documentación del sistema de gestión de calidad de tal forma que está se ajuste a los procesos llevados a cabo en el Laboratorio.
- Contar con una constante asesoría bien sea interna o externa de personal altamente capacitado en procesos de acreditación, especialmente en laboratorios.
- Establecer convenios de cooperación con diferentes laboratorios a nivel nacional que cuenten con la acreditación.
- Un paso importante a desarrollar a corto plazo tiene que ver con la estandarización y/o validación de los procedimientos técnicos, según protocolos establecidos para pruebas de campo y laboratorio.
- Realizar la revisión y estandarización del parámetro aforo e incluirlo en el Manual de Procedimientos Técnicos.
- Tener en cuenta todas las recomendaciones indicadas en el diagnóstico.

8. BIBLIOGRAFÍA

- GOMEZ CORTES, Leidy Yurena. VARGAS SANTANA, Martha Sofía. Diseño de un sistema de calidad para el laboratorio de aguas de la Universidad Surcolombiana. Neiva, 2006. Trabajo de grado (especialización en ingeniería ambiental). Universidad Surcolombiana. Facultad de ingeniería.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, ICONTEC. Cómo Implementar un sistema de gestión práctico y eficaz en laboratorios de ensayo y calibración. Santa Fe de Bogotá. 2004.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, ICONTEC. NTC-ISO-IEC 17025. Requisitos generales de competencia de laboratorios de ensayo y calibración. Bogotá, 2004.
- INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN, ICONTEC. NTC-ISO 9001:2008. Bogotá, 2008.
- NORMA TÉCNICA DE CALIDAD EN LA GESTIÓN PÚBLICA NTC GP 1000:2004.
- MODELO ESTANDAR DE CONTROL INTERNO PARA EL ESTADO COLOMBIANO MECI 1000:2005.
- <http://prueba.usco.edu.co:8080/portal/portal/pagina.jsp?id=70&index=1>
- <https://www.uis.edu.co/webUIS/es/index.jsp>
- CLESCERL, Lenore. GREENBERG, Arnold. EATON, Andrew. Standard Methods for Examination of Water & Wastewater. Edición numero 20. American Public Health Association, 1999.

MANUAL DE CALIDAD



LABORATORIO DE AGUAS
UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA





Contenido

Presentación del laboratorio

CAPÍTULO 1 REQUISITOS DE GESTIÓN

- I. Organización
- II. Sistema de calidad
- III. Control de documentos
- IV. Revisión de solicitudes, propuestas y contratos
- V. Subcontratación de ensayos y calibraciones
- VI. Adquisición de servicios y suministros
- VII. Servicio al cliente
- VIII. Reclamos
- IX. Control del trabajo de ensayo y/o calibración no conforme
- X. Acciones correctivas
- IX. Acción preventiva
- XII. Control de registros
- XIII. Auditorías internas
- XIV. Revisión de gerencia

CAPÍTULO 2 REQUISITOS TÉCNICOS

- I. Personal
- II. Planta física y condiciones ambientales
- III. Métodos de ensayo y calibración y validación de métodos
- IV. Equipos
- V. Trazabilidad de la medición
- VI. Muestreo
- VII. Manipulación de los ítems de ensayo
- VIII. Aseguramiento de la calidad, de los resultados de ensayo y calibración
- IX. Informe de resultados



El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana es una sección técnica adscrita a la facultad de ingeniería. Cuenta con el apoyo administrativo del instituto de ensayos e investigaciones (IDEI), la Decanatura de ingeniería y demás directivos de la universidad.

La concepción sobre la implementación de esta unidad se originó de la experiencia del centro de investigaciones y desarrollo científico (CIDEC) y la Facultad de Ingeniería, concerniente en la realización de estudios sobre aguas naturales, potables y residuales, efectuados por solicitud de particulares y entidades de carácter regional y Nacional. Así mismo por las necesidades de apoyo a proyectos de extensión e investigación desarrollados por la universidad, dirigidos a la evaluación de recursos hídricos y de sus problemas de contaminación.

El Laboratorio recibe apoyo científico y técnico de profesores especializados que prestan servicio parcial o total a proyectos específicos, en los centros de investigación de las diferentes facultades de la Universidad y a otras instituciones.

El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana inicio sus labores en el año de 1990 con sede en el tercer piso del bloque de ingeniería donde continua funcionando actualmente.

El Laboratorio ha sido de gran utilidad a nivel regional y nacional en análisis fisicoquímico de aguas y control de calidad de Dolomitas y sulfato de aluminio para el tratamiento de aguas.

CAMPOS DE ACTIVIDAD

El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana fundamenta su trabajo en el monitoreo y caracterización de las aguas potables, naturales y residuales, y asesoría en ramas afines a los servicios de laboratorio ofrecidos. Todas las actividades del laboratorio están basadas en la aplicación de normas nacionales e internacionales como la ICONTEC, ASTM, API y SM entre otras.

Las principales líneas de acción desarrolladas en el Laboratorio incluyen:

- Monitoreo de aguas superficiales, subterráneas, tratadas y residuales.



- Análisis fisicoquímicos de calizas, dolomitas, bauxitas y sulfato de aluminio.

Los parámetros objeto de acreditación del Laboratorio o la línea de monitoreo de aguas se enlistan a continuación:

Sólidos Totales, Sólidos Disueltos, Sólidos Suspendidos, Demanda bioquímica de Oxígeno, Demanda Química de Oxígeno y Grasas y Aceites.

MISION

En el Laboratorio de Aguas se trabaja con idoneidad, integridad y ética en proyectos de docencia, investigación y de proyección social en el sector hídrico regional y nacional. De esta manera se asume un liderazgo en el área de recursos hídricos contribuyendo al desarrollo ambiental del país dentro de parámetros de productividad competitiva, calidad e impacto ambiental.

La imagen dinámica del Laboratorio de Aguas es fruto del aporte de cada uno de sus miembros para el mejoramiento continuo de todas las operaciones y servicios.

Para cumplir con sus finalidades el Laboratorio de Aguas tiene como funciones:

- Asesorar proyectos de investigación.
- Contribuir a la formación de estudiantes de pregrado y postgrado.
- Prestar servicios de análisis de aguas naturales y residuales.
- Impulsar la imagen de la Universidad Surcolombiana a nivel regional y nacional.

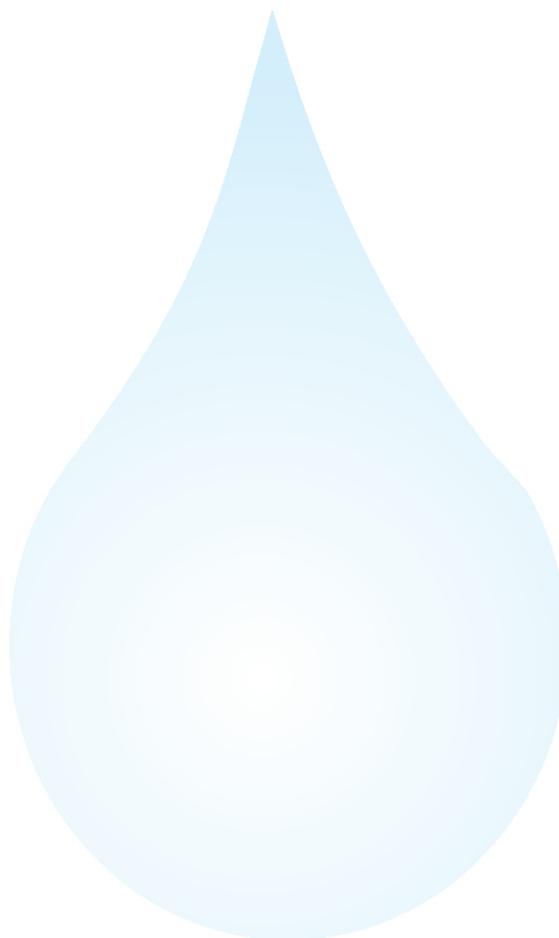
VISION

El Laboratorio de Aguas quiere posicionarse en el mercado nacional como empresa líder en servicios integrales de asesoría, interventoría y consultoría en análisis y monitoreo de aguas naturales, potables, residuales domésticas e industriales, para atender las necesidades de la industria del sector público y privado, con los más altos estándares de calidad para asegurar confiabilidad, credibilidad y servicio a nuestros clientes.



PRINCIPIOS

- Ética en el trabajo diario.
- Garantía en la confidencialidad y protección de la información.
- Confiabilidad y validez en los resultados analíticos.
- Calidad en la aplicación de normas y estándares en la ejecución de los ensayos.
- Mejoramiento continuo de los procesos.
- Preservación del medio ambiente.





Este Manual ha sido preparado según los requerimientos establecidos por la Norma NTC-ISO 17025:2005 para la acreditación de laboratorios de ensayo. También cumple con las necesidades de los clientes, autoridades reglamentarias u organizaciones reconocidas.

El Manual de Aseguramiento de Calidad del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana resume las acciones y actividades realizadas. Este manual cubre el control de calidad de los procedimientos de análisis que se realizan en las instalaciones permanentes del laboratorio, en sitios fuera de sus instalaciones permanentes o instalaciones temporales o móviles asociadas, las actividades que se relacionan con dichos análisis y todos los procedimientos administrativos referentes al manejo de documentación e informes de los procedimientos efectuados.

El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana es una sección técnica adscrita a la Facultad de Ingeniería que cumple funciones misionales como son apoyo a la docencia, a la investigación y a proyectos de proyección social solidaria y remunerada, desarrollados en distintos programas de la institución. Cuenta con el apoyo administrativo del instituto de ensayos e investigaciones (IDEI), la decanatura de la Facultad de Ingeniería y demás directivos de la universidad.

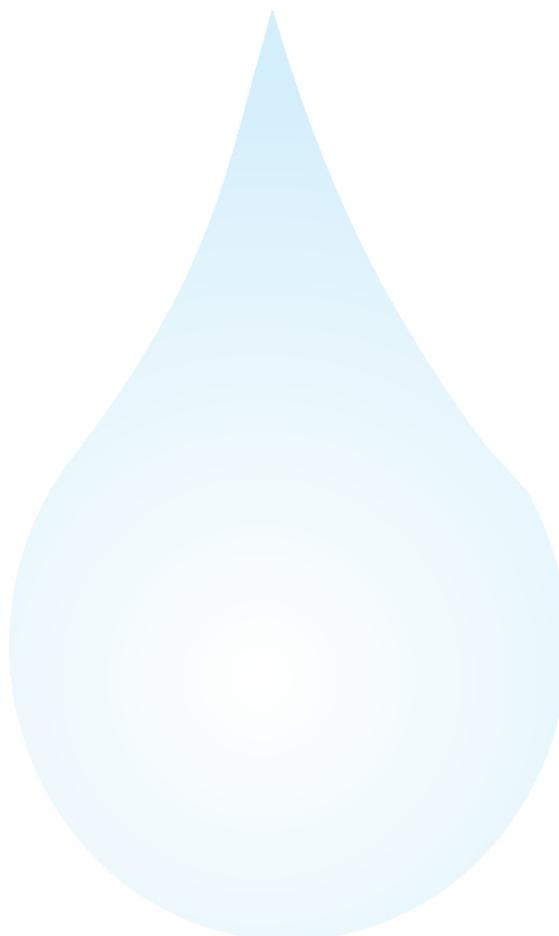
El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana tiene autonomía para desarrollar proyectos a nivel académico y comercial pero depende administrativamente de la Universidad Surcolombiana.

La gestión comercial del Laboratorio esta soportada fundamentalmente en los fondos especiales de la USCO especialmente en la Facultad de Ingeniería. La venta de servicios se realiza a través de los fondos especiales y para el caso particular que el monto del proyecto sea representativo o el cliente lo exija, el servicio se tramita por medio de la Dirección General de Investigación de la USCO o por la Rectoría de la misma, según el caso.

El Laboratorio cuenta con un sistema técnico-administrativo y una infraestructura de acuerdo a las necesidades del mercado .Cuenta con personal directivo y técnico con la autoridad y recursos necesarios para desempeñar sus funciones. Se tienen disposiciones que aseguran que el personal está libre de presiones o influencias que comprometan los resultados analíticos.



El contrato de trabajo del personal contiene una cláusula donde se comprometen a guardar confidencialidad de toda la información conocida durante su desempeño laboral. El personal firma su contrato de trabajo y una fotocopia del contrato de trabajo se guarda en el archivador RG-24 "PERSONAL DEL LABORATORIO".





El Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana está comprometido con el ejercicio de las buenas prácticas profesionales para que sus procedimientos y servicios sean reconocidos por su calidad y satisfagan los requerimientos de los clientes garantizando la veracidad y confidencialidad de los resultados entregados.

En LAUS patrimonio de la comunidad universitaria, se trabaja con integridad y entusiasmo para generar un máximo de satisfacción al cliente por los servicios analíticos confiables, con competencia técnica y administrativa respaldada por un sistema de calidad con buenas prácticas profesionales y el excelente servicio que se presta.

Este es el reconocimiento expreso de que la calidad es materia propia y esencial de gestión y como tal exige el compromiso de una acción decidida y enérgica de la dirección del laboratorio.

Se reconoce así mismo el papel esencial de las personas especialmente en sus valores éticos y atributos de competencia técnica, vitales para el correcto funcionamiento del sistema de calidad en todas las áreas de su competencia.

Nuestros esfuerzos y recursos estarán encaminados a fortalecer y cumplir con los objetivos de Calidad, destinando para este fin recursos físicos, financieros, humanos y tecnológicos para así seguir operando como un centro plenamente competente.

A través de esta política el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana declara su compromiso con la calidad de los servicios que brinda y establece la determinación de implementar y mantener un sistema de calidad fundamentado en los requisitos de la norma NTC-ISO 17025.

Esta política de calidad se enmarca dentro de las directrices de LAUS y de la UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA.



- Mejorar continuamente el sistema de calidad para demostrar la competencia técnica y administrativa del laboratorio, mediante la revisión permanente del sistema de calidad.
- Brindar al cliente la seguridad de obtener resultados confiables en los análisis que solicita mediante la evaluación permanente de nuestra competencia técnica y la experiencia que nos acredita como un ente responsable y comprometido con el aseguramiento de la calidad.
- Brindarle al cliente un alto nivel de satisfacción en el servicio que solicita para establecer una relación directa que nos permita desarrollar un reconocimiento en la calidad de los servicios prestados.
- Motivar y capacitar al personal que labora en el laboratorio para que esté siempre en un proceso de aprendizaje y mejoramiento continuo de todo el sistema de calidad.
- Propender porque los servicios que presta el laboratorio cumplan con todas las exigencias de los clientes expresadas en los contratos y/o convenios para que estos se conviertan en nuestros mejores aliados así como efectuar los ensayos de acuerdo a los métodos empleados por el laboratorio.
- Implementar y mantener un sistema para gestionar cualquier tipo de dudas, quejas o reclamaciones que presenten los clientes propendiendo por que estas no se presenten.

Para dar cumplimiento total a los requisitos que exige la norma NTC-ISO 17025:2005 el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana mantendrá en operación y constante mejora un sistema de gestión de calidad de acuerdo a las exigencias de dicha norma.



Se cuenta con el procedimiento PR-01 "Control de Documentos", documentado para garantizar el control de los documentos externos, legales e internos del Sistema de Gestión, estos últimos en cuanto a su elaboración, adecuación (cambios), revisión, aprobación, identificación de cambios, versión y distribución.

Este procedimiento genera los siguientes registros:

- FO-01 Solicitud de Elaboración, Modificación o Eliminación de Documentos Internos.
- FO-02 Control de Distribución y Recolección de Documentos.
- FO-03 Control de Documento Internos del Sistema de Gestión.
- FO-04 Control de Documentos Externos del Sistema de Gestión.

El sistema de calidad de LAUS cuenta con documentación interna (Manual de Calidad, Manual de Procedimientos de Gestión, Manual de Procedimiento Técnicos, Manual de Funciones, Registros de Calidad) y externa (Normas, Métodos de Ensayo, Disposiciones Reglamentarias, Catálogos) identificada con un código interno, versión, fecha y control de los documentos.

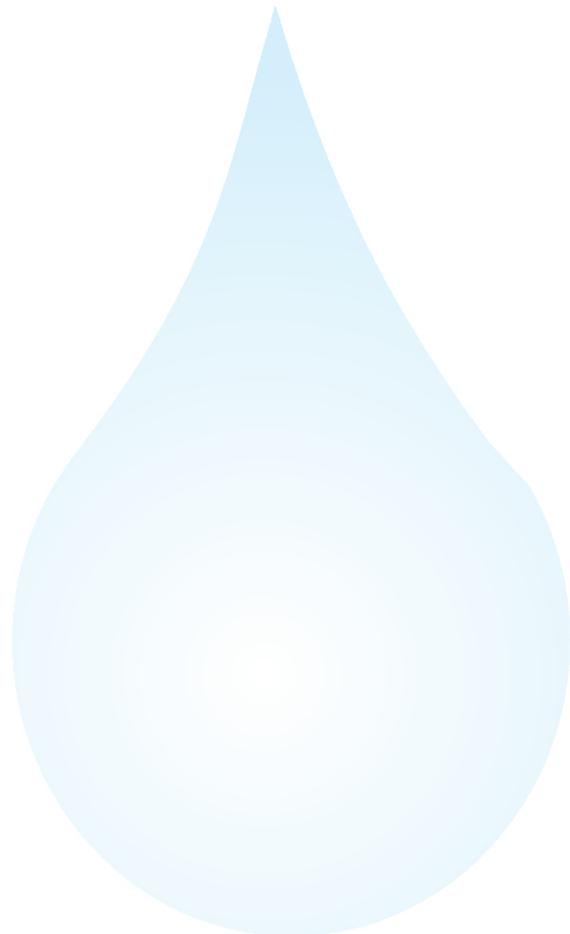
El personal autorizado revisa, corrige, actualiza, aprueba y distribuye toda la documentación existente, mantiene procedimientos y listados maestros con el fin de identificar el estado actual de la versión y así evitar el uso de documentos no válidos u obsoletos.

Esta documentación se mantiene en copia dura y/o magnética y se encuentra disponible para el personal que lo requiera. Los cambios o modificaciones en los documentos, deben ser solicitados por escrito; efectuado el cambio será sometido a revisión y aprobación por los mismos funcionarios que aprobaron el documento original.

Cuando se trata de copia magnética, su actualización se identifica por medio de la fecha de versión del documento que coincide con la fecha de "Modificado" propia del computador y con la fecha indicada en el control de cambios. Una vez identificada la documentación se archiva o se retiene para propósitos legales o preservación del conocimiento.



Los documentos obsoletos, son recogidos e identificados para prevenir su uso no intencional. Los documentos de origen externos son controlados en el momento de la recepción, distribuidos al responsable y dados a conocer a quien corresponda.



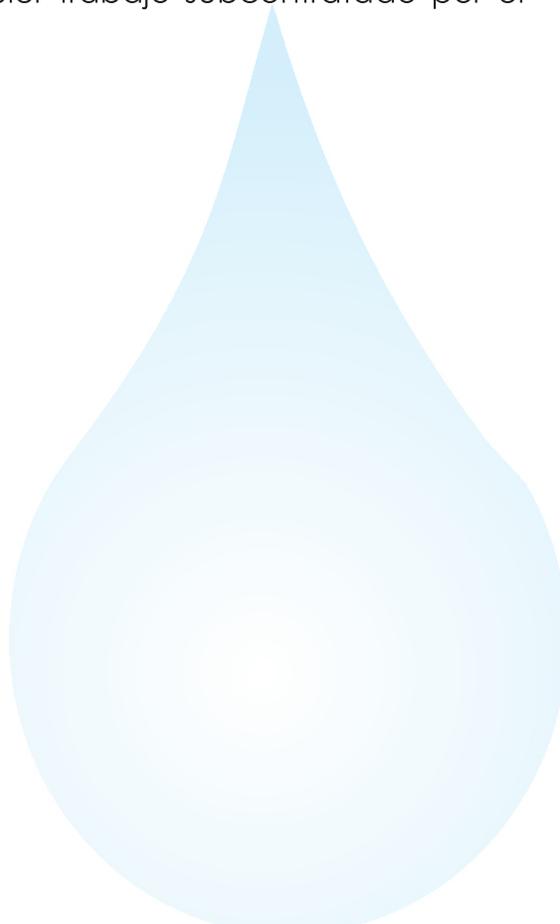


Toda solicitud de servicio, contrato u oferta debe ser escrita y debe contener la información requerida para garantizar que el Laboratorio suministre lo requerido en los términos de referencia.

La revisión se realiza con base al procedimiento PR-02 “Revisión de los Pedidos, Ofertas y Contratos”, en el cual se tiene en cuenta cada uno de los requerimientos y necesidades del cliente con el fin de asegurar la capacidad de cumplimiento del Laboratorio en aspectos como la selección del método de ensayo adecuado y disposición de recursos. Si existen diferencias entre la solicitud, la oferta o el contrato, se resuelve de común acuerdo entre las partes antes de comenzar a ejecutar la labor solicitada, lo cual genera el registro FO-05 “Revisión de los Pedidos, Ofertas y Contratos”.

Para evidenciar cumplimiento, se mantienen registros sobre las revisiones y discusiones con el cliente.

La revisión aplica también a cualquier trabajo subcontratado por el Laboratorio.

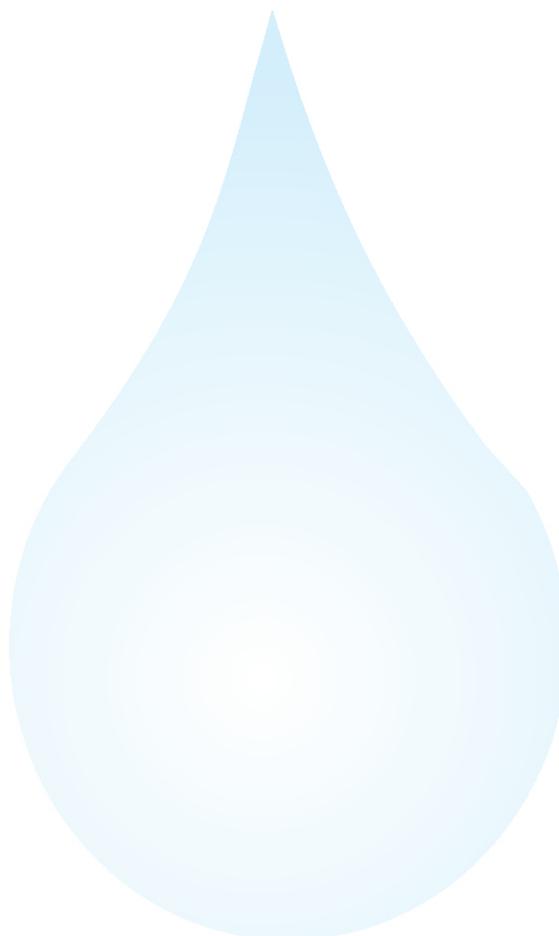




De acuerdo al procedimiento PR-03 "Subcontratación de Ensayos", el Laboratorio subcontrata ensayos cuando existe necesidad de experiencia mayor, o incapacidad temporal. Se notificará por escrito al cliente y solo se realizará si el cliente lo aprueba.

Los subcontratos se realizarán con laboratorios acreditados. Se cuenta con el registro FO-07 "Listado de subcontratistas", y donde también se archiva una fotocopia del certificado de acreditación de dichos laboratorios.

El Laboratorio es responsable del trabajo subcontratado, excepto cuando el cliente especifique otro laboratorio.

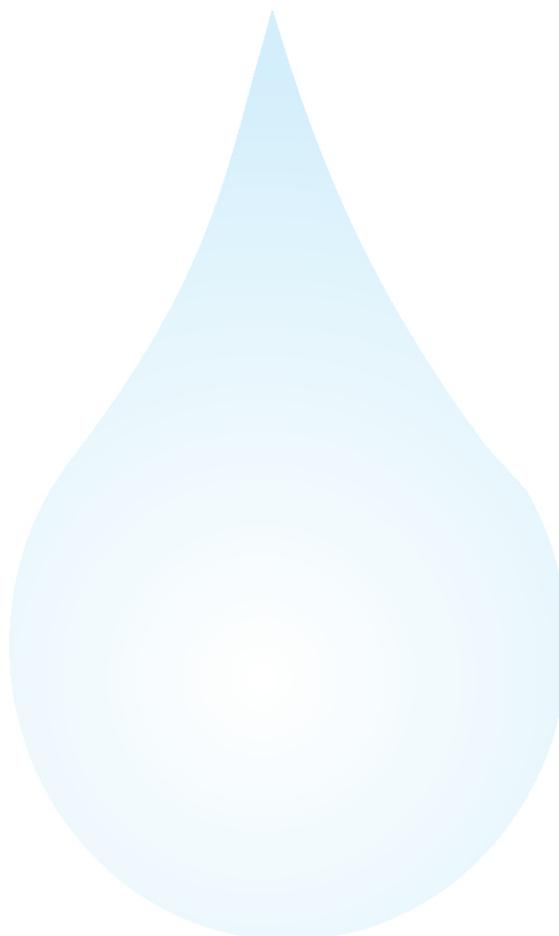




La compra, recepción y almacenamiento de insumos que inciden en los ensayos se realiza según el procedimiento PR-04 "Compras de Servicios y Suministros", el cual hace referencia a la solicitud y selección de cotizaciones, la elaboración de la orden de compra con su respectiva revisión y aprobación, él envió al proveedor y finalmente una revisión contable.

Se tiene un registro FO-26 "Inventario de Existencia", donde se señala la fecha de llegada del envase, proveedor, fecha de vencimiento (cuando corresponda) y otros datos que faciliten la identificación del producto.

Todos los documentos de compra de servicios y suministros que afectan la calidad de los resultados del Laboratorio, contienen los datos para describir claramente los suministros y servicios solicitados, siendo revisados y aprobados antes de su envió al proveedor.



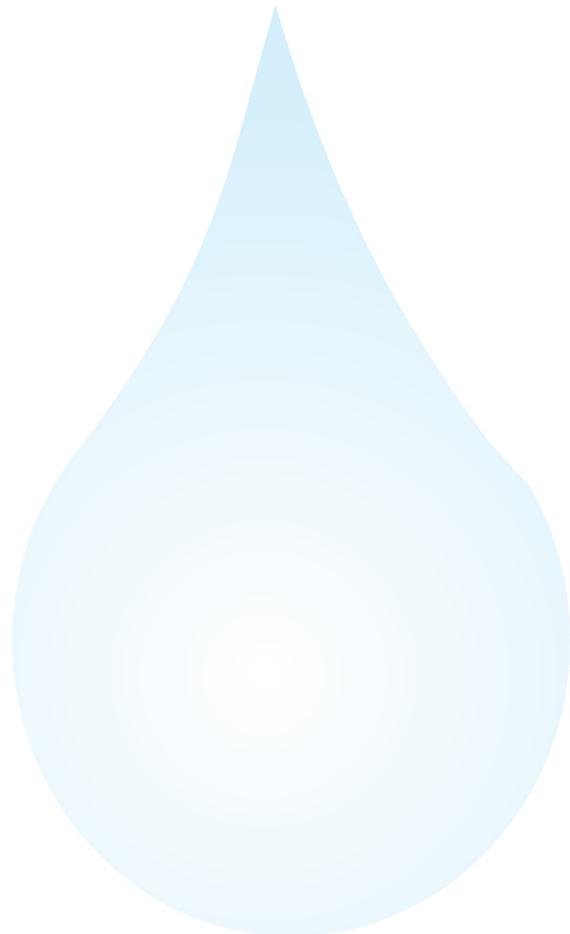


Una vez adquiridos los materiales consumibles, LAUS asegura que no se utilizan hasta no ser sometidos a inspección donde se verifican el cumplimiento de cada una de las especificaciones.

Los productos o servicios son verificados con el fin de evidenciar el cumplimiento de las condiciones establecidas, el resultado es registrado y analizado con el fin garantizar el control y mejora de las relaciones con los proveedores.

Esta revisión se realiza de acuerdo al PR-05 "Verificación de Servicios y Suministros", el cual genera el siguiente registro:

FO-09 "Verificación de Servicios y Suministros".

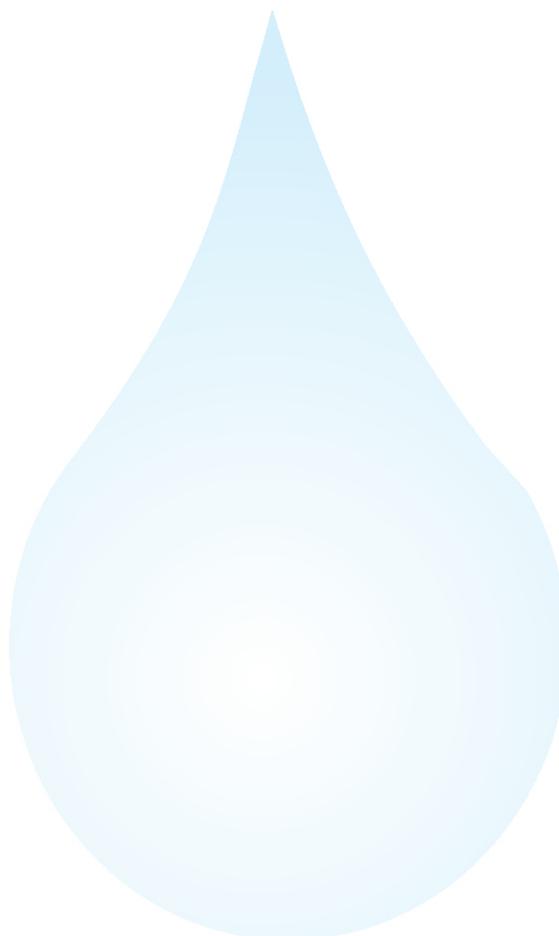




El Laboratorio brinda cooperación a todos sus usuarios para aclarar dudas, para obtener información, esto se realiza telefónicamente, verbalmente o a través del envío de información por FAX o e-mail.

En caso que el cliente lo solicite, se permite el acceso en forma adecuada a las áreas del Laboratorio, permitiendo un seguimiento al desempeño del Laboratorio en relación con el trabajo realizado, guardando la confidencialidad a los otros clientes.

LAUS obtiene retroalimentación de sus clientes con el objeto de mejorar el sistema de gestión de calidad, mediante encuestas periódicas de satisfacción de servicio al cliente.





LAUS dispone del servicio de atención al cliente, recibiendo todas las quejas y/o sugerencias garantizando la corrección de cada uno de ellos.

Cuando existe algún reclamo en forma verbal o ratificada por escrito de los usuarios, el Laboratorio actúa según lo descrito en el procedimiento PR-06 "Resolución de Sugerencias, Quejas o Reclamos", que genera los siguientes registros:

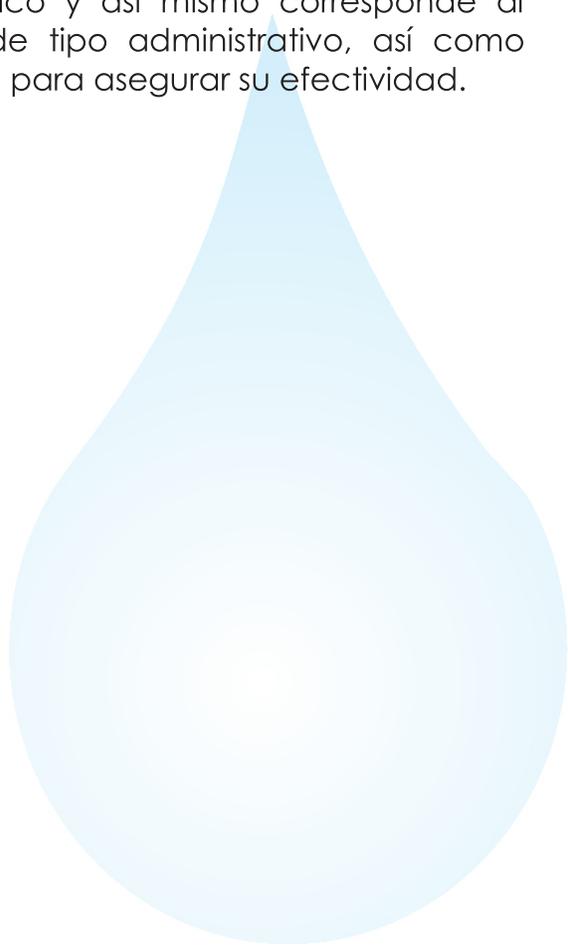
FO-10 Acta de Apertura Buzón de Sugerencias.

FO-11 Consolidación de Quejas o Reclamos.

FO-12 Atención de Sugerencias, Quejas o Reclamos.

Si es necesario tomar alguna medida correctiva se sigue el procedimiento PR-08 "Acción Correctiva, Preventiva y de Mejora".

El Coordinador y el asistente del Laboratorio tienen la responsabilidad de implementar y registrar las acciones correctivas necesarias para la resolución de quejas de tipo técnico y así mismo corresponde al Coordinador resolver las quejas de tipo administrativo, así como efectuar seguimiento a los resultados para asegurar su efectividad.





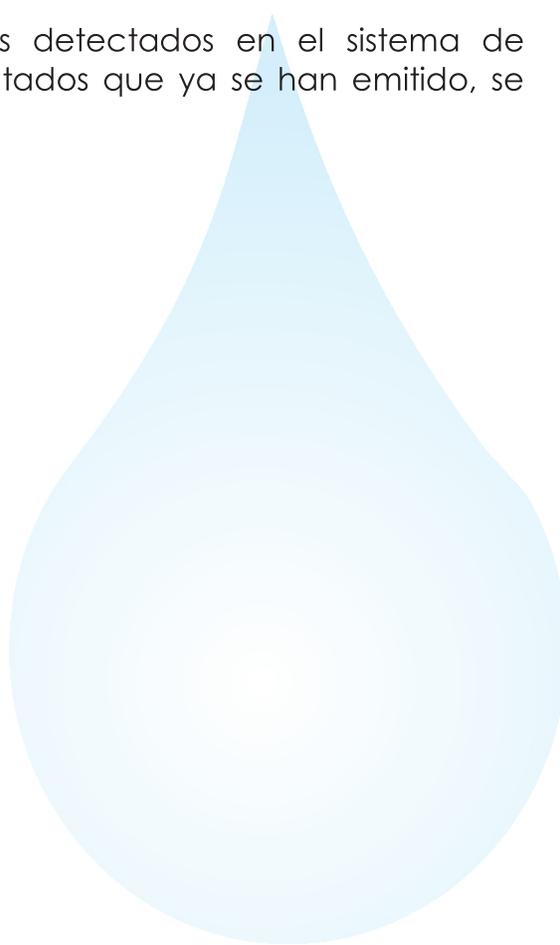
Cuando a través de los controles de calidad interno se identifican que los resultados de los análisis no están conformes, se detiene el trabajo y se investigan las causas siguiendo las pautas indicadas en el procedimiento PR-07 "Control de trabajo de ensayo no conforme", el cual genera los siguientes registros:

FO-13 Control de Productos o Servicios No Conforme.
FO-14 Análisis de Causas.

Una vez son identificadas las causas y si corresponde, se repiten los ensayos involucrados.

Cuando se detectan trabajos no conformes a través de auditorías internas o externas, control periódico de los registros del sistema, evaluaciones internas de seguimiento y reclamo de clientes, se evalúan las implicancias de éstos y se toman las acciones correctivas de acuerdo al procedimiento PR-08 "Acción Correctiva, Preventiva y de Mejora".

Cuando los trabajos no conformes detectados en el sistema de calidad afecta los informes de resultados que ya se han emitido, se notifica al usuario.





Con el fin de mantener un sistema de calidad seguro y confiable, en forma oportuna se realizarán acciones correctivas en cualquier etapa involucrada en el sistema de calidad.

Estas se realizan según el procedimiento PR-08 "Acción Correctiva, Preventiva y de Mejora", en el cual también se señala el personal responsable de implementar la acción correctiva, generando los siguientes registros:

FO-15 Solicitud ACPM.

FO-16 Control del estado de las ACPM.

FO-17 Análisis de Causas.

El cierre de las acciones correctivas lo realiza el Asesor de calidad. Las acciones correctivas se generan por:

- Auditorías internas y externas.
- Revisiones gerenciales.
- Reclamo de clientes.
- Control periódico de los registros del sistema de calidad entre otras.

Se realizan auditorías adicionales luego de finalizar acciones correctivas que se derivan de no conformidades que pueden afectar las políticas y procedimientos del sistema de calidad.

Con el fin de identificar las potenciales fuentes de no conformidades que pongan en riesgo el buen funcionamiento del sistema de calidad se realizan en forma periódica:

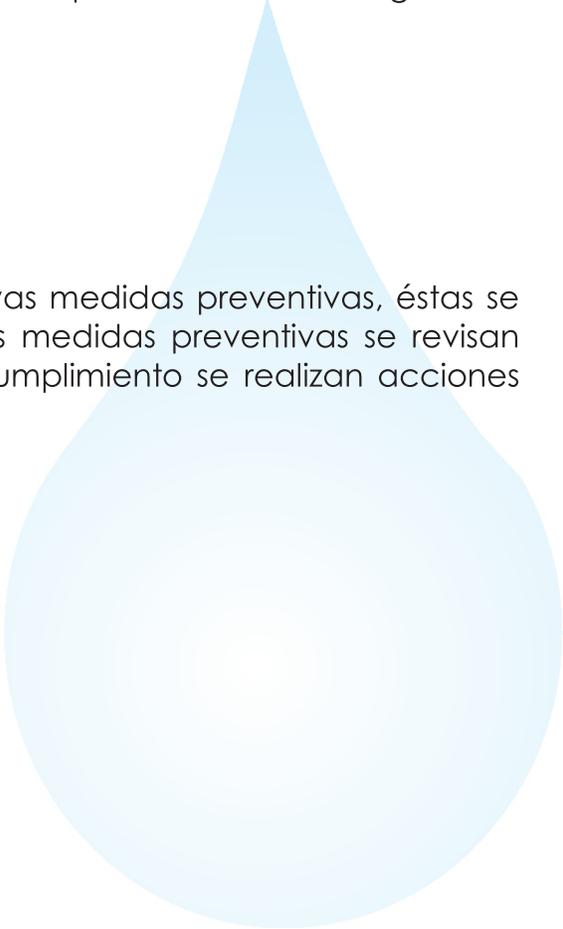
- Revisiones de los procedimientos y registros emanados del sistema de calidad.
- Evaluaciones internas de seguimiento.
- Gráficos controles que se actualizan permanentemente. En caso de que los valores esperados se salgan de los límites de control, se revisa todo el método analítico (incluyendo al personal involucrado) y una vez detectadas las causas se realizan las acciones correctivas.

Se participa en ensayos de aptitud con el fin de realizar medidas correctivas frente a errores sistemáticos que no se detectan en los controles de calidad interno.

Se tiene un procedimiento PR-08 "Acción Correctiva, Preventiva y de Mejora", en el cual se señalan medidas preventivas en los siguientes ámbitos:

- Personal.
- Métodos analíticos.
- Desechos.
- Almacenamiento de reactivos.

Cuando el sistema requiere de nuevas medidas preventivas, éstas se incorporan en el procedimiento. Las medidas preventivas se revisan periódicamente y en caso de no cumplimiento se realizan acciones correctivas.

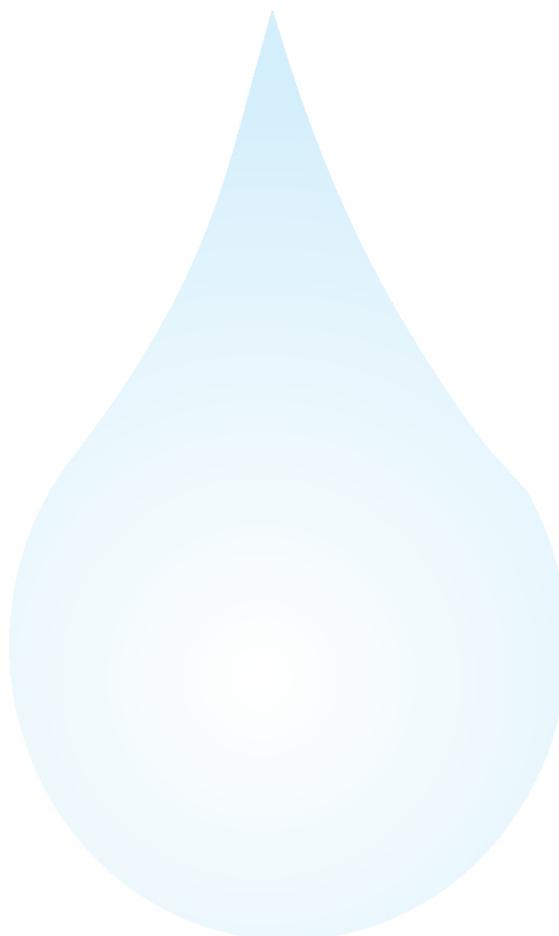




Todos los registros se mantienen en forma segura y confidencial y el control de ellos se realiza según lo establecido en el procedimiento PR-09 "Control de registros de calidad", el cual genera una lista maestra de registros FO-18 "Control de Registros del Sistema de Gestión".

Los registros son almacenados debidamente, identificados y anexados para cada cliente, protegidos de deterioro o daño bajo condiciones ambientales adecuadas.

El acceso al archivo electrónico es restringido por medio de un código personal que maneja el usuario encargado, a fin de garantizar la confidencialidad de la información.





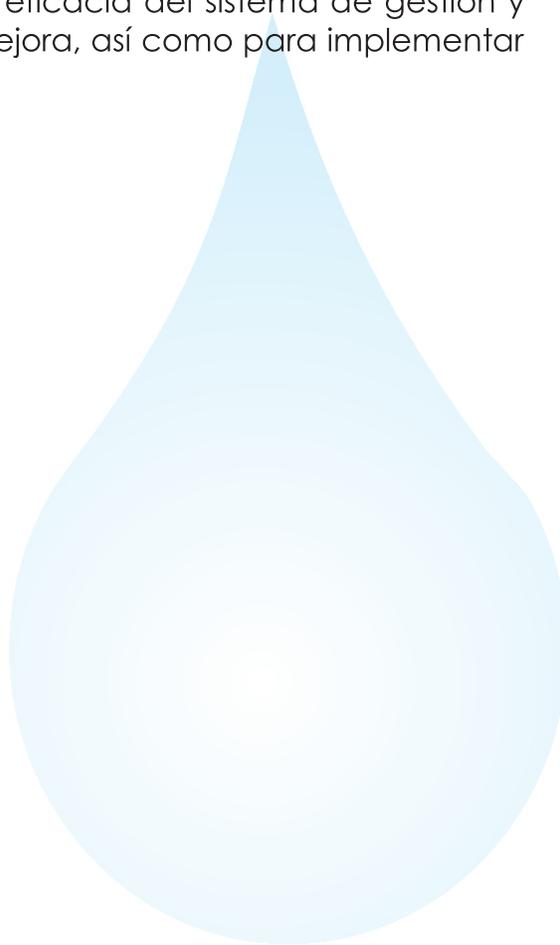
Con el fin de verificar que las actividades de los laboratorios cumplen los requisitos del sistema de calidad, se realizan auditorías internas por personal entrenado y calificado.

Esta auditoría se realiza según procedimiento PR-10 “Auditoría Interna”, el cual genera los siguientes registros:

- FO-19 Plan de auditoria.
- FO-20 Hallazgo de Auditoria.
- FO-21 Informe de Auditoria.
- FO-22 Calificación de Auditores Internos del Sistema de Gestión.

Las acciones correctivas emanadas de estas auditorías siguen el procedimiento PR-08 “Acción Correctiva, Preventiva y de Mejora”.

Los responsables de ejecutar las auditorias son los auditores internos de la organización, quienes se encuentran entrenados, calificados y son independientes de la actividad a auditar. Los hallazgos de las auditorias se utilizan para evaluar la eficacia del sistema de gestión y para identificar oportunidades de mejora, así como para implementar las medidas correctivas necesarias.



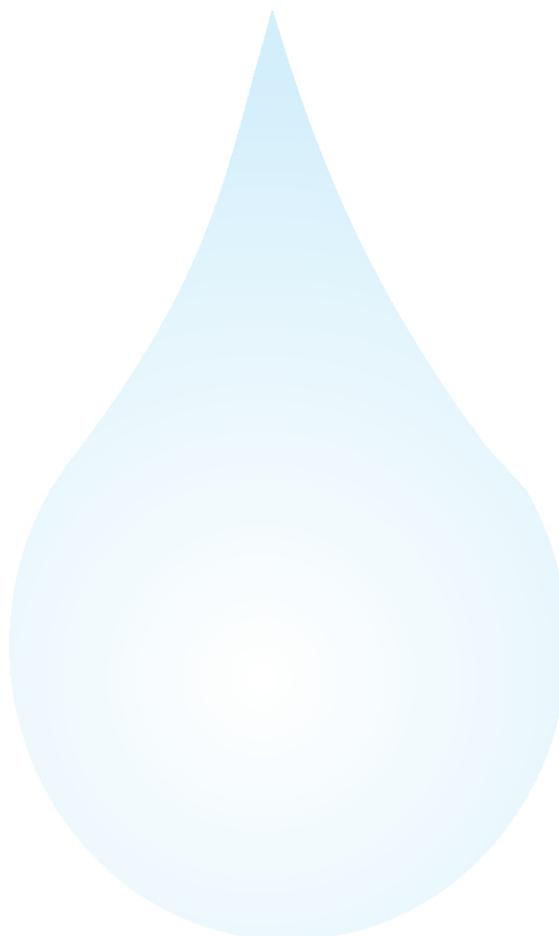


Una vez al año se programan las revisiones de gerencia, con el fin de analizar el sistema de calidad adoptado y las actividades relacionadas con las muestras de ensayo. Esta revisión se realiza según el procedimiento PR-11 "Revisión por la Alta Dirección", el cual genera el siguiente registro:

FO-23 Formato de Revisión por la Alta Dirección.

La Alta Dirección del Laboratorio revisa según la programación, la adaptabilidad de las políticas y procedimientos tanto del sistema de calidad del Laboratorio como de las actividades de ensayo, con el fin de asegurar su eficacia y de esta manera introducirle las mejoras y cambios necesarios.

El Asesor de Calidad implementa las acciones correctivas tendientes al logro de mejoramiento continuo del sistema de gestión de calidad.





El Coordinador general seleccionara el personal que laborara en el Laboratorio, teniendo en cuenta los perfiles de cada cargo, igualmente define los procedimientos y políticas que garanticen la competencia del personal.

Una vez seleccionado el personal se capacita internamente de acuerdo a un programa establecido en el laboratorio según las funciones para las cuales se contrató. Se aplica el procedimiento PR-13 "Capacitación del personal nuevo y antiguo del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana". Una vez realizada la capacitación se asignan y autorizan sus responsabilidades. Luego son supervisados constantemente por un período determinado con el fin de ir evaluando su rendimiento y realizar medidas correctivas en caso de ser necesario.

El personal antiguo, periódicamente realiza cursos o talleres de actualización de acuerdo a su quehacer y responsabilidades.

Los perfiles de los cargos, las funciones y las responsabilidades, se encuentran definidos y documentados, en el Manual de Funciones, documento que se encuentra disponible en el Laboratorio.

En el Laboratorio existe un archivador rotulado RG-24 "Personal del Laboratorio", donde se mantiene:

- Contrato.
- Cláusula de Confidencialidad y Propiedad Intelectual.
- Currículum.
- Autorización de funciones y competencia.
- Registros de capacitación interna.
- Asistencia a Talleres o cursos de actualización.

Cada uno de los integrantes del recurso humano del Laboratorio o del subcontratado (cuando sea requerido), que esté involucrado en el proceso y ejecución de ensayos, debe ser competente e idóneo.



La planta física es de 88 metros cuadrados de superficie. Las paredes, pisos, y superficies de mesones de trabajo están hechos de material fácilmente limpiables y lavables. Las áreas del Laboratorio están dotadas de las condiciones necesarias para garantizar la facilidad en la ejecución de los ensayos.

Se dispone de fuentes de iluminación natural y artificial, con instalación eléctrica de acuerdo al equipamiento, control de la temperatura ambiente con el fin de que las condiciones ambientales no invaliden los resultados analíticos además se cuenta con espacios suficientes para el libre movimiento del personal.

El Laboratorio posee instructivos de aseo y conservación de instalaciones físicas.

Las áreas del laboratorio están separadas para evitar contaminación cruzada y para controlar el acceso de personal no autorizado. Este está dividido en secciones de trabajo, y están debidamente señalados los lugares de acceso y lugares donde se dispone el material peligroso.

Las secciones de trabajo son las siguientes:

- Secretaría.
- Sección recepción de muestras.
- Oficinas administrativas.
- Sección de lavado y descontaminación de material.
- Almacén de reactivos.
- Sección de realización de ensayos de laboratorio.
- Sección de almacenamiento de muestras.



El coordinador controla y actualiza los procedimientos e instrucciones de trabajo relacionadas con la ejecución de los ensayos. Los documentos de referencia como las normas nacionales del Instituto Colombiano De Normas Técnicas (ICONTEC), Los STANDARS METHODS, protocolos del IDEAM, Normas de la ASTM, entre otros, utilizadas para los trabajos del Laboratorio, están distribuidas en las áreas de análisis químico, disponibles para el personal que requiere su uso.

Se cuenta con instructivos de operación para el uso de los equipos pertinentes para cada análisis y para el manejo y preparación de elementos de ensayo.

El Laboratorio utiliza métodos de ensayo apropiados para cumplir con los requisitos de los clientes, aceptados en el ámbito nacional e internacional dando la garantía de emplear las versiones más recientes y sus actualizaciones.

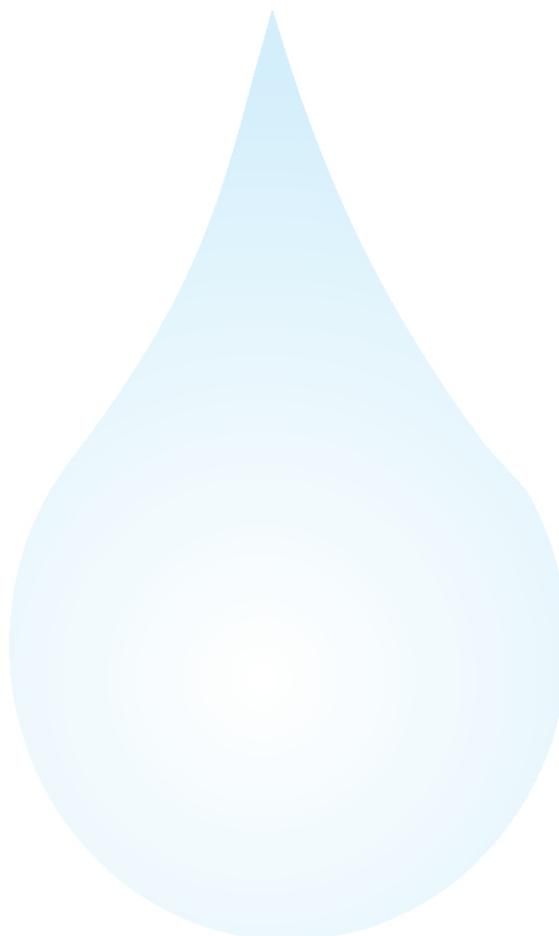
La selección de los métodos de ensayo se hace con el criterio de brindar la mayor confiabilidad y veracidad en los resultados, teniendo en cuenta la capacidad del Laboratorio. En caso que el cliente no especifique el método de ensayo, el Laboratorio lo selecciona, lo somete a aprobación con el cliente y hace recomendaciones bajo el mismo criterio.

La selección y validación de los métodos analíticos se realiza según PR-14 "Selección y validación de los métodos analíticos", y genera el siguiente registro: RG-26 "Métodos analíticos validados"; además se cuenta con metodologías y personal competente para la validación de dichos métodos aplicando todos los criterios de confirmación y reproducibilidad del resultado de estos. Para la validación de las metodologías analíticas se utiliza material de referencia y sustancias químicas certificadas.

La modificación de un método analítico sólo se realiza con la autorización del Coordinador del Laboratorio. Los procedimientos de métodos obsoletos se identifican y son retirados de las áreas analíticas.



La evaluación de la incertidumbre se realiza según PR-15 “Evaluación de la incertidumbre”, y genera el registro RG-27 “Estimación de la incertidumbre”. Los datos deben estar sujetos a verificaciones de manera sistemática inicialmente.





El Laboratorio cuenta con los elementos de muestreo, instrumentación necesaria y equipos de medición y ensayo para realizar los muestreos y análisis.

Se mantiene un inventario de todos los equipos que posee el Laboratorio. Los equipos se registran y se lleva su historial en el registro RG-28 "Registro de Equipos". Cada equipo es rotulado con un número respectivo de inventario y con su estado de calibración (cuando lo requiere).

Para cada equipo y su software (si lo tiene) se lleva un registro con información pertinente llamado hoja de vida del equipo. Se tiene establecido un programa de mantenimiento preventivo y de calibración de equipos con el fin de que cumplan las especificaciones del ensayo.

Para salvaguardar el buen uso de los equipos estos son operados por personal entrenado y competente. Los instructivos de operación y mantenimiento son revisados y actualizados periódicamente estos se encuentran disponibles para el personal del Laboratorio. Una copia de las operatorias se encuentra en el registro RG-29 "Operación de equipos".

El Laboratorio cuenta con el procedimiento PR-16 "Manejo y Almacenamiento de Equipos", en el cual se describe la manera de proceder para el manejo seguro, transporte, almacenamiento y mantenimiento preventivo del equipo de medición para asegurar el funcionamiento adecuado y prevenir contaminación o deterioro.

El equipo que ha sido detectado con problemas o demostrado estar defectuoso es retirado de circulación, y se investiga la veracidad de los resultados anteriores.

Antes de ser puesto en servicio un equipo nuevo o reparado, se verifica su funcionamiento. Los computadores empleados en el Laboratorio y que entregan resultados de ensayo, tienen antivirus, restringido el acceso y cuentan con una clave de acceso. Los programas de software de estos equipos son todos comerciales.

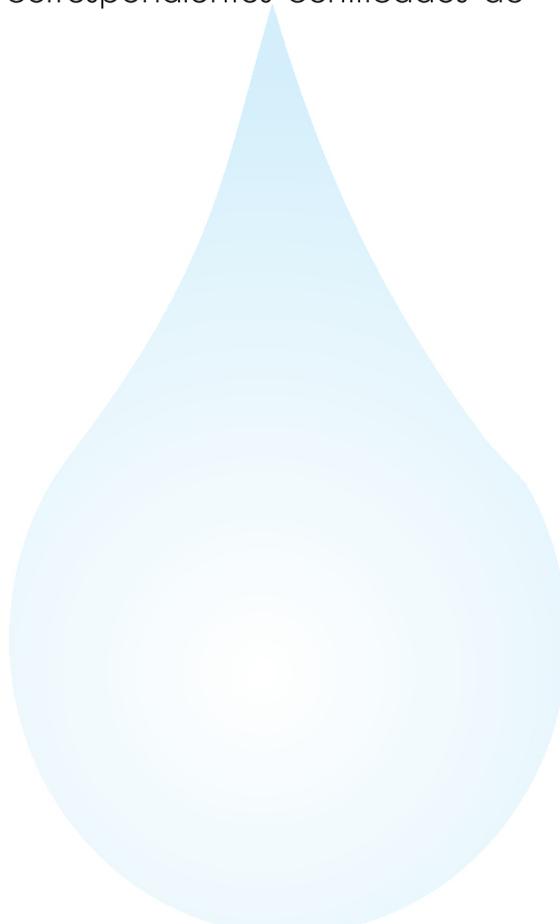


La trazabilidad de las mediciones del Laboratorio se realiza verificando periódicamente los equipos que tienen un efecto significativo en la validez de los resultados de ensayo.

Se cuenta con patrones y materiales de referencia, para realizar las verificaciones periódicas de los equipos y asegurarse que no han perdido su condición de calibrados.

Los patrones de referencia (masas patrón) y de los materiales de referencia (estándares y reactivos) se mantienen en adecuadas condiciones de almacenamiento para evitar su deterioro, posible contaminación y proteger su seguridad a través de un procedimiento establecido PR-17 "Trazabilidad de la Medición".

Los patrones de referencia (masas patrón) se calibran periódicamente por un laboratorio acreditado y se establece la trazabilidad con respecto a patrones nacionales e internacionales. Los materiales de referencia (reactivos y estándares) son suministrados por proveedores reconocidos, acompañados de sus correspondientes certificados de análisis y trazabilidad.

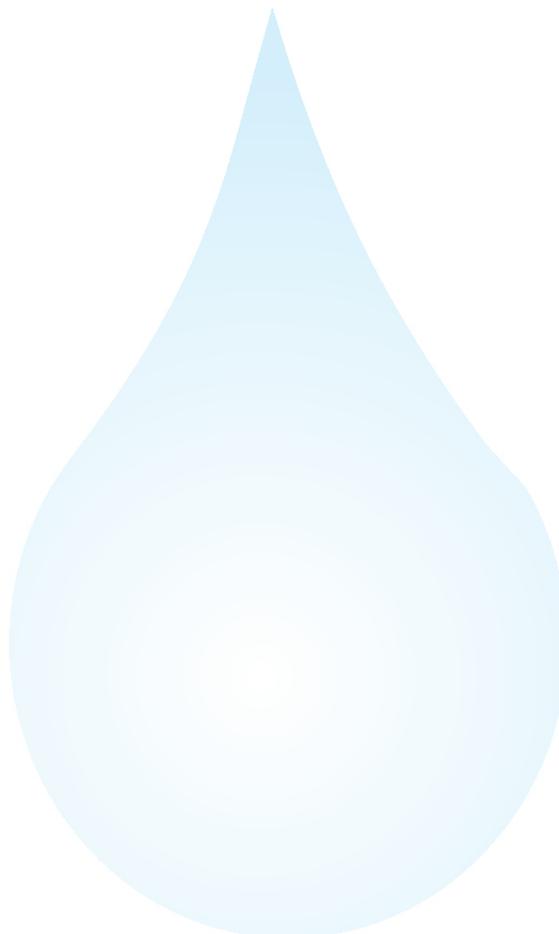




Para la toma de muestras el Laboratorio emplea procedimientos documentados que garantizan la representatividad de la muestra y la confiabilidad de los resultados de los ensayos, se realizan los instructivos para la conservación y protección de las muestras durante y después del muestreo. Los cuales se encuentran consignados en PR-18 "Procedimiento de Muestreo y Registro de Datos".

Las muestras son transportadas al Laboratorio con su debida preservación y adjuntando la documentación requerida (cadena de custodia).

Cuando el cliente requiera desviaciones, adiciones o exclusiones del procedimiento de muestreo, estas se registran con los datos de muestreo adecuados y se incluyen en los documentos que contengan los resultados de los ensayos y se comunica al personal involucrado, siguiendo el procedimiento PR-19 "Suministro de Muestras por el Cliente".





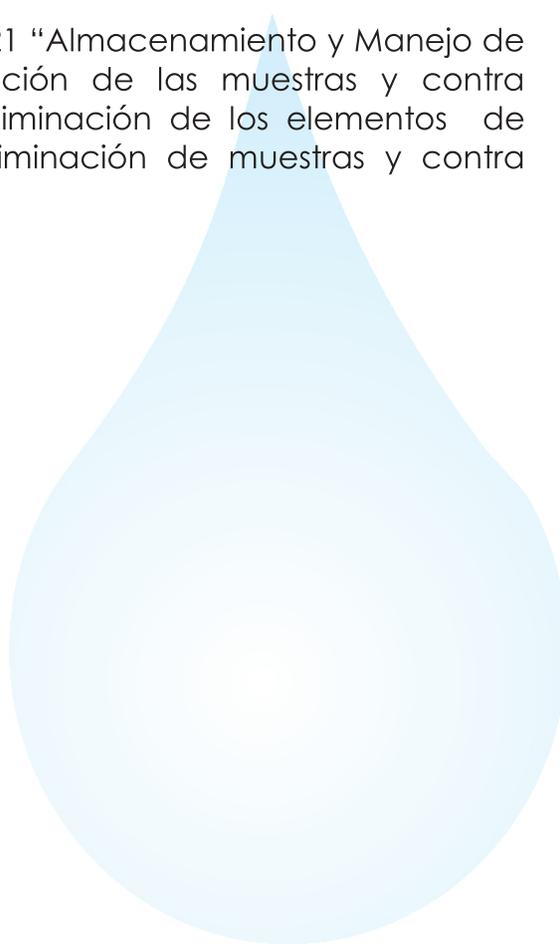
El Laboratorio cuenta con procedimientos para todo proceso que involucra el tratamiento de los elementos de ensayo con el fin de proteger la integridad de las muestras.

La recepción, causas de rechazo y almacenamiento de las muestras de ensayo se realiza según PR-20 "Recepción y rechazo de las muestras de ensayo", que genera el registro RG-30 "Recepción de muestras".

Los elementos de ensayo (muestras), al ser ingresadas al Laboratorio donde se revisa, la documentación y el estado de la muestra son identificadas con un código único, se respalda su trazabilidad a través de una cadena de custodia, en la cual se deja evidencia de cualquier observación llevada a cabo durante el muestreo y que pueda influenciar en el resultado del ensayo.

Si la muestra no es analizada de inmediato se mantiene preservada al igual que la contra-muestra.

Las muestras se procesan según PR-21 "Almacenamiento y Manejo de Elementos de Ensayo". La eliminación de las muestras y contra muestras se realiza según PR-22 "Eliminación de los elementos de ensayo", que genera el RG-31 "Eliminación de muestras y contra muestras".





El Laboratorio cuenta con el procedimiento PR-23 “Control de Calidad y Aseguramiento de la Validez de los Ensayos”, para el aseguramiento del control de calidad. El control de los resultados lo realizan los analistas químicos y el Coordinador del Laboratorio antes de ser reportados al cliente.

El control de calidad establecido para el aseguramiento de la veracidad y confiabilidad de los resultados de los ensayos incluyen lo siguiente:

- Uso de equipo de ensayo adecuado, suficiente y calibrado.
- Uso de patrones de referencia calibrados (masas).
- Uso de los materiales de referencia (estándares y reactivos) certificados.
- Aplicación de técnicas estadísticas (gráficos de control) para analizar el comportamiento de los procesos analíticos.
- Repetición de ensayos sobre contra-muestras.
- Uso de los métodos de ensayo validados.
- Analistas químicos competentes.
- Lavado y descontaminación del material.

Para realizar los análisis de las muestras se tienen procedimientos para cada metodología analítica, y un archivador con registros foliados para registrar las muestras.

Con el fin de disminuir el riesgo de contaminación involuntaria dentro del Laboratorio, se usa material desechable. El material que no se elimina se lava y descontamina siguiendo el PR-24 “lavado y descontaminación del material”.

Con los resultados del control de calidad interno se realizan gráficos de control según el PR-25 “Gráficos controles”, con el fin de detectar tendencias en el tiempo y realizar medidas correctivas cuando sea necesario, generando el RG-32 “Gráficos controles”.



El analista químico del Laboratorio es la persona responsable de elaborar informes de los resultados analíticos. El informe de los resultados incluye la información estipulada en los numerales 5.10.2, 5.10.3, 5.10.3.1, 5.10.3.2, cuando resulte necesario según la norma NTC-ISO 17025.

Los resultados de cada ensayo se reportan de manera exacta, clara, inequívoca y objetiva, de acuerdo con todas las instrucciones específicas de los métodos de ensayo. Si el cliente lo requiere, el Laboratorio incluye opiniones, interpretaciones o información adicional, las cuales quedan documentadas en el reporte de ensayo, así como también la base sobre la cual se realizaron

Cuando se presentan enmendaduras en los reportes de resultados expedidos, se realiza un segundo reporte en forma de documento original. Las modificaciones de un informe se realizan solo emitiendo un nuevo informe con la aprobación del Coordinador del laboratorio el cual contiene el siguiente enunciado: "suplemento al reporte de ensayo" y se mantienen las copias de ambos informes, para dejar la constancia del cambio realizado.

En la transmisión electrónica de reportes y datos de trabajo de Laboratorio se garantiza el tomar las medidas necesarias para su protección y confidencialidad.

Los cargos autorizados para firmar los reportes de ensayo son, el Coordinador del Laboratorio y el Analista químico.

NOMBRE: Maury A. Sanchez

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

CARGO

CARGO: Coordinador LAUS

CARGO: Coordinador LAUS

ELABORO

REVISO

APROBO

MANUAL DE FUNCIONES



LABORATORIO DE AGUAS
UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA



1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Coordinar todas las actividades del orden académico, investigativo y de proyección social que puedan ser desarrollados por el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana "LAUS" de acuerdo a su infraestructura y capacidad técnica.

2. JEFE INMEDIATO Y LÍNEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Decano de la Facultad de Ingeniería.

2.2 LÍNEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectorías Académica, Administrativa y/o de Recursos y bienestar, Director IDEI, Fondos Especiales, Jefatura de Programa.

3. FUNCIONES DEL CARGO

Responsabilidades ante la Universidad Surcolombiana.

- Responde ante las directivas de la Universidad, por el inventario de instalaciones, equipos y materiales a cargo del Laboratorio.
- Formular y comunicar las normas que se requieran para la correcta utilización de equipos e instalaciones del Laboratorio, lo mismo que las medidas de seguridad necesarias.
- Autorizar la utilización del Laboratorio para realización de trabajos relacionados con la investigación y proyección social dirigidos por docentes de la Universidad, o de los proyectos de grado que se aprueben.
- Coordinar la prestación de servicios de Laboratorio en trabajos de asesoría o ensayos que tengan la aprobación de las directivas de la Universidad.
- Dirigir y controlar la labor de los co-investigadores, auxiliares administrativos y técnicos adscritos al Laboratorio y el cumplimiento de sus funciones.



- Revisar periódicamente el estado y características de los equipos del Laboratorio y tramitar las solicitudes sobre mantenimiento, necesidades y pedidos de equipos y/o materiales.
- Actualizar periódicamente el organigrama cuando las actividades lo ameriten y verificar que este se cumpla.
- Mantener el Sistema de Aseguramiento de la Calidad del Laboratorio y actualizarlo cuando sea necesario.
- Tener conocimiento de todas las actividades que se desarrollan en el Laboratorio, sobre todo aquellas que tienen que ver con no conformidades y así tomar las medidas preventivas y/o correctivas.
- Representar a la Universidad Surcolombiana en los proyectos o contratos que se firmen quedando como responsable en el cumplimiento técnico y administrativo del mismo.

Responsabilidad Gerencial

- Hacer cumplir las Políticas de Calidad propuestas dentro del Laboratorio.
- Tramitar los recursos que se requieran a las diferentes unidades para el buen desarrollo de sus actividades.
- Mantener control sobre la implantación e implementación del Sistema de Aseguramiento de la Calidad establecido según la Norma NTC ISO 17025 para cumplir con las Políticas de Calidad propuestas.
- Diligenciar ante la Universidad Surcolombiana los trámites oficiales para la adquisición y suministro de los recursos necesarios.
- Promover y programar cursos de inducción, capacitación y entrenamiento en áreas específicas para el personal del Laboratorio cuando esto se requiera.
- Realizar la evaluación y análisis del personal requerido de acuerdo a las necesidades en proyectos específicos.

Sistema de Calidad

- Establecer, documentar y mantener la estructura del sistema de aseguramiento de calidad enmarcadas dentro de las normas técnicas y de calidad.



- Hacer extensivo el sistema de calidad a cada uno de los miembros del Laboratorio concientizándolos de la importancia de su cumplimiento en el desarrollo de todas las actividades propuestas.
- Ejecutar sus labores consecuentemente con lo establecido en el sistema de aseguramiento de la calidad.

Revisión de Contratos y/o Órdenes de Trabajo

- Identificar y evaluar los requerimientos del cliente relacionados en el contrato y/o orden de trabajo.
- Analizar la capacidad del Laboratorio para brindar un servicio óptimo que satisfaga al cliente en el tiempo requerido.
- Revisar y aprobar las propuestas antes de entregarlas al cliente.

Control de Documentos

- Revisar y aprobar toda la documentación de Calidad generada y realizar las respectivas modificaciones cuando sea necesario.

Compras

- Tramitar las órdenes de compra ante los entes indicados.
- Revisar y aprobar las órdenes de compra.
- Revisar y verificar que el producto comprado, cumple con los requisitos especificados.

Control de muestras suministradas por el cliente

- Supervisar el recibo de las muestras entregadas por el cliente para asegurar el cumplimiento de los parámetros y/o condiciones establecidas.

Inspección y ensayo

- Autorizar la disposición de materiales que no hayan completado el plan de inspección en lugares preestablecidos para que no se involucren en el proceso.

Control de no conformidades

- Revisar y aprobar las decisiones que se tomen en cuanto al manejo de las no conformidades.

Acciones correctivas y/o preventivas

- Revisar y aprobar cada una de las medidas ya sean correctivas y/o preventivas que se adopten como resultado de una no conformidad registrada en el Laboratorio.

Manejo, almacenamiento, preservación y entrega

- Supervisar, el manejo, almacenamiento, y preservación de cada uno de los materiales involucrados en el Laboratorio.
- Elaborar los informes finales de resultados producto de los análisis llevados a cabo en el campo y Laboratorio para su entrega al cliente.

Control de los registros de calidad

- Revisar y aprobar los registros de calidad generados en cada una de las actividades del Laboratorio.

Auditorías internas de calidad

- Revisar y aprobar la programación de las auditorías internas establecidas en el Laboratorio.
- Tomar las medidas correctivas necesarias de la observación y sugerencia que surjan como producto de las auditorías realizadas.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

- Responder ante la Universidad Surcolombiana por el inventario de equipos, su funcionamiento, manejo y mantenimiento.



4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O MATERIALES

- Responde ante la Universidad Surcolombiana por los instrumentos y/o materiales utilizados en el Laboratorio de Aguas.

4.3 POR PROCESOS

- Se encarga de controlar y coordinar los procesos llevados a cabo en el Laboratorio de Aguas en cuanto a la parte técnica y administrativa.

4.4 POR INFORMES Y/O REGISTROS

- Responde por la elaboración de los informes entregados a las dependencias administrativas y académicas de la Universidad Surcolombiana y de los informes de resultados y/o propuestas presentados a los clientes.

4.5 POR SUPERVISIÓN

- Responde directamente por la ejecución de sus funciones y supervisa todas las actividades llevadas a cabo en el Laboratorio de Aguas, al igual que todas las funciones propias de los funcionarios adscritos al Laboratorio.

5. NIVEL DE AUTORIDAD

- Controlar todas las actividades realizadas en el Laboratorio de carácter técnico y administrativo.
- Tomar decisiones y resolver problemas con relación al Laboratorio de Aguas.

6. PERFIL DEL CARGO

6.1 ESCOLARIDAD: Ingeniero Químico con especialización en áreas afines, adscrito a la Facultad de Ingeniería de la Universidad Surcolombiana.



6.2 EXPERIENCIA: Mínimo 2 años como docente y/o administrativo.

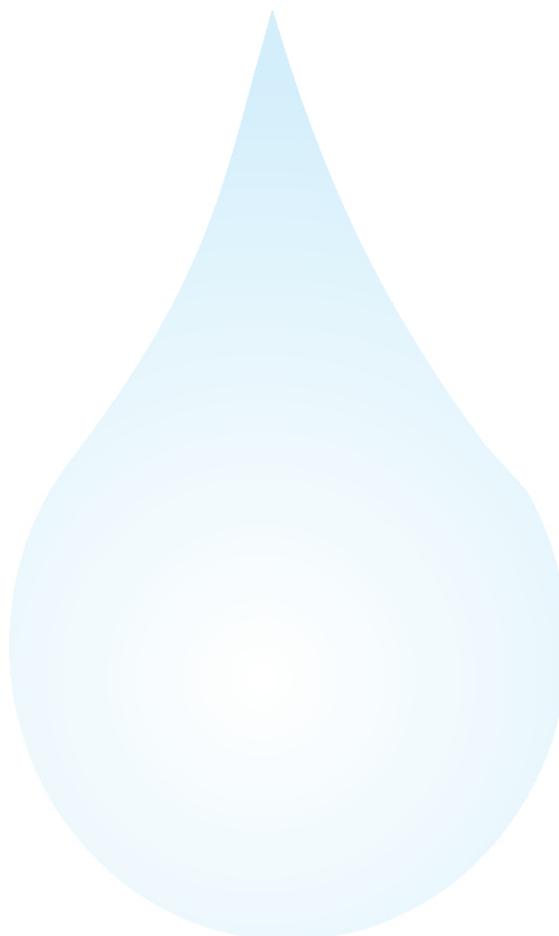
6.3 SEXO: Indistinto.

6.4 ESTADO CIVIL: Indistinto.

6.5 IDIOMA: Manejo de Inglés.

6.6 SISTEMAS: Manejo integral de computadoras y software especializados.

6.7 CUALIDADES: Toma de decisiones, alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, aptitud para preparar informes completos y precisos.





1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Efectuar los análisis que se realizan en el Laboratorio de Aguas, LAUS.

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Coordinador de Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI y Coordinador del Laboratorio.

3. FUNCIONES DEL CARGO

Responsabilidad gerencial

- Identificar los requerimientos propios del Departamento Técnico y diligenciar los formatos de solicitud de recursos.
- Realizar el entrenamiento e instrucción pertinente al personal captado en su respectivo Departamento.
- Realizar la revisión y análisis técnico del personal requerido de acuerdo a las necesidades en proyectos específicos.

Sistema de Calidad

- Revisar que los procedimientos que se realizan en el Laboratorio estén acordes con los procedimientos preestablecidos en el Sistema de Calidad a través de los formatos.
- Implantar lo establecido en el Sistema de Aseguramiento de la Calidad en cada una de las actividades realizadas en el Departamento Técnico.
- Ejecutar sus labores consecuentemente con lo establecido en el Sistema de Calidad.

Revisión de contratos y/u órdenes de servicio

- Revisar los contratos y/u órdenes de servicio en conjunto con el Coordinador General para discutir las especificaciones técnicas y legales del mismo.

Control de documentos y datos

- Elaborar la documentación necesaria para su área, hacerla cumplir y actualizarla.
- Solicitar cuando sea necesario la revisión o modificación de los documentos.
- Controlar la distribución de los documentos en su respectivo departamento.

Compras

- Elaborar la adquisición interna de materiales y/o servicios.
- Revisar que el producto comprado cumple con los requisitos técnicos especificados.

Control de muestras suministradas por el cliente

- Controlar la verificación, el almacenamiento y el mantenimiento de las muestras suministradas por el cliente, dependiendo de los requerimientos preestablecidos por el Laboratorio.

Identificación y trazabilidad de las muestras

- Cuidar que la identificación de la muestra se mantenga durante todo el proceso.

Control de procesos:

- Programar el tiempo de duración de cada prueba y el tiempo de duración de cada proyecto.
- Distribuir la documentación de calidad aplicable a la prueba que se realice y llevar un registro de los formatos diligenciados.
- Controlar el mantenimiento y la calibración de los equipos periódicamente y antes de la ejecución de cada prueba.
- Controlar el manejo y almacenamiento de las muestras y materiales de Laboratorio.
- Revisar y aprobar los cambios en los procesos antes de su implementación.

Inspección y ensayo

- Verificar y controlar que se utilicen solo las materias primas y materiales autorizados respetando los requisitos especificados en el plan de calidad y/o procedimientos documentados.

Control de los registros de calidad

- Elaborar los registros generados de cada una de las actividades realizadas en su Departamento.

Aplicación de técnicas estadísticas

- Aplicar las técnicas estadísticas necesarias para validar los resultados obtenidos en los análisis y las no conformidades que se presenten en su área.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

- Revisa y responde directamente por el funcionamiento de los equipos empleados en los análisis.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O ANÁLISIS

- Responde ante el Coordinador por los instrumentos y/o materiales empleados en la ejecución de los análisis llevados a cabo en el Laboratorio.

4.3 POR PROCESOS

- Responde directamente por cada prueba realizada en el Laboratorio, por los resultados obtenidos y su respectivo análisis.

4.4 POR INFORMES Y/O REGISTROS

Responde por la elaboración de los registros de calidad generados por esta dependencia y por los informes técnicos relativos a los análisis de los resultados entregados a la coordinación del Laboratorio.

4.5 POR SUPERVISIÓN

Responde directamente por la ejecución de sus funciones y supervisa todas las actividades técnicas llevadas a cabo en el Laboratorio, al igual que todas las funciones propias de los auxiliares.

5. NIVEL DE AUTORIDAD

Controlar todas las actividades técnicas realizadas en el Laboratorio y tomar decisiones de carácter técnico.

6. PERFIL DEL CARGO

6.1 ESCOLARIDAD: Químico o ingeniero químico, agrícola o de petróleos.

6.2 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia como profesional en laboratorio químico.

6.3 SEXO: Indistinto.

6.4 Estado Civil: Indistinto.

6.5 Idioma: Inglés Técnico 70%.

6.6 Sistemas: Manejo integral de computadores y software especializados.

6.7 Cualidades: Alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, toma de decisiones, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, aptitud para preparar informes completos y precisos, capacidad de análisis y aptitud para el manejo de instrumentos de laboratorio y equipos.

1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Mantener, actualizar y controlar el Sistema de Calidad del Laboratorio establecido según la Norma NTC-ISO 17025

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Coordinador del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI y Coordinador del Laboratorio.

3. FUNCIONES

Responsabilidad gerencial

- Mantener controles sobre el establecimiento y la implementación del Sistema de Calidad según la Norma NTC-ISO 17025 para cumplir con las políticas de calidad propuestas y establecidas.
- Informar a la coordinación acerca del desempeño del Sistema de Calidad para su revisión y mejoramiento.
- Revisar el sistema de calidad asegurando su adecuación y efectividad permanente.
- Satisfacer los requisitos de la norma establecidos por el Laboratorio.

Sistema de calidad

- Mantener el sistema de calidad y actualizarlo cuando sea necesario.
- Ejecutar sus labores consecuentemente con lo establecido en el Sistema de Calidad.
- Velar por el cumplimiento de las políticas y los objetivos de calidad propuestos por el Laboratorio.

Control de documentos y datos

- Controlar todo lo relacionado con la elaboración y la conservación de la documentación de calidad.

- Divulgar y distribuir la documentación necesaria al personal del Laboratorio y retirar los documentos obsoletos.

Compras

- Elaborar y actualizar la lista de proveedores con sus respectivos catálogos.
- Revisar que las órdenes de compra estén acordes con todos los requerimientos de calidad.

Control de las muestras suministradas por el cliente

- Revisar el diligenciamiento de los formatos de recepción de muestras llevando un registro de los mismos.
- Elaborar los registros de devolución cuando las muestras no cumplan con las especificaciones.

Identificación y trazabilidad de las muestras

- Verificar que las muestras suministradas por el cliente estén identificadas según los requisitos de calidad.

Control del equipo de inspección, medición y ensayos

- Identificar las fallas de los equipos que puedan afectar la calidad de los resultados.

Estado de inspección y ensayos

- Verificar que las materias primas y productos sean manejados e identificados según lo establecido en el Manual de Calidad.

No conformidades

- Estar atento a las pruebas y resultados no conformes, tomar acciones y reportar a la coordinación.
- Controlar y coordinar la identificación, la documentación y la evaluación de los resultados no conformes.
- Revisar y decidir sobre las no conformidades que se presenten tanto en los equipos como en el resultado y registrarlas en formatos.

- Revisar que los procedimientos que se realizan en el Laboratorio sean acordes con los preestablecidos en el sistema de calidad a través de los formatos.
- Mantener el Laboratorio en condiciones óptimas para el desarrollo de las actividades.

- Revisar que los equipos donde se van a realizar las pruebas estén calibrados y en buen estado.

Acciones correctivas y preventivas

- Supervisar el cumplimiento de las acciones correctivas y/o preventivas que se tomen en el Laboratorio como respuesta a las no conformidades encontradas.

Manejo, almacenamiento, preservación y entregas

- Verificar que todos los materiales involucrados en el proceso se manejen, se almacenen y se preserven de acuerdo a los procedimientos establecidos.
- Revisar que los informes de resultados presentados al cliente, hayan pasado por las inspecciones pertinentes y que estén acordes con lo solicitado.

Control de los registros de calidad

- Controlar que cada uno de los registros de calidad generados en las actividades del Laboratorio estén debidamente diligenciados y archivados.

Auditorías internas de calidad

- Programar las auditorías internas de calidad periódicamente según lo establecido en los procedimientos.

- Velar por el cumplimiento de las acciones correctivas y/o preventivas que se generen como producto de las no conformidades en las auditorías internas.

Entrenamiento

- Velar porque el personal del Laboratorio reciba entrenamiento en las áreas relevantes según lo previsto en la programación.

Técnicas estadísticas

- Controlar la aplicación de técnicas estadísticas en las áreas y/o eventos que la requieran.
- Analizar e interpretar los resultados de las técnicas estadísticas aplicadas a las no conformidades, tomando las respectivas medidas.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

- Controla los equipos del Laboratorio en cuanto a su mantenimiento, estado y manejo, por medio de las hojas de vida y formatos de registro.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O MATERIALES

- Controla que los instrumentos y/o materiales del Laboratorio estén debidamente identificados almacenados, preservados y manejados.

4.3 POR PROCESOS

- Se encarga de controlar cada uno de los procesos llevados a cabo en el Laboratorio en cuanto a la parte técnica y administrativa.

4.4 POR INFORMES Y/O REGISTROS

- Responde por todos los registros de calidad generados en cada una de las actividades realizadas por el Laboratorio.

- Responder por todos los informes de revisión del Sistema de Calidad presentados a la Coordinación del Laboratorio y al equipo corporativo de calidad del Laboratorio.

4.5 POR SUPERVISIÓN

Responde directamente por la ejecución de sus funciones y supervisa todas las actividades llevadas a cabo en el Laboratorio de aguas según los lineamientos del sistema de calidad.

5. NIVEL DE AUTORIDAD

- Controlar todas las actividades que afecten directamente al Sistema de Calidad del Laboratorio de Aguas.
- Tomar decisiones y resolver problemas con relación al Sistema de Calidad del Laboratorio.

6. Perfil del Cargo

6.1 ESCOLARIDAD: Profesional con formación en control de calidad.

6.2 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia como profesional y/o docente.

6.3 SEXO: Indistinto.

6.4 ESTADO CIVIL: Indistinto.

6.5 IDIOMA: Inglés Técnico 70%.

6.6 SISTEMAS: Manejo integral de computadoras y software especializados.

6.7 CUALIDADES: Toma de decisiones, alto sentido de responsabilidad y de honestidad, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, aptitud para preparar informes completos y precisos.



1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Apoyar al Coordinador y demás personal del Laboratorio en cuanto a la generación de documentos propios de cada área y el manejo de archivo.

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Coordinador del Laboratorio.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI y Coordinador del Laboratorio, Asesor de Calidad.

3. FUNCIONES DEL CARGO

- Manejar el archivo, organizándolo según codificación preestablecida.
- Registrar y radicar toda la documentación que ingrese al Laboratorio.
- Editar los informes generados por el Laboratorio.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

- Es responsable del uso de computadores y otros equipos de oficina que se le asignen.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O MATERIALES

- Es responsable del uso de materiales de oficina, empleados en la ejecución de sus funciones.



4.3 POR PROCESOS

- Es responsable de mantener organizado y actualizado, todo el archivo del Laboratorio.

4.4 POR INFORMES Y/O REGISTROS

- Responde por la edición de todos los informes y registros producto de las actividades realizadas por el Laboratorio de aguas.

4.5 POR SUPERVISIÓN

- Responder directamente por la ejecución y no presenta personal subalterno a cargo.

5 NIVEL DE AUTORIDAD

Controlar todas las actividades de oficina del Laboratorio, reportar al jefe inmediato cualquier anomalía que se presente en cuanto a su trabajo.

6 PERFIL DEL CARGO:

6.2 ESCOLARIDAD: Secretaria bilingüe, monitor o estudiante de ingeniería.

6.3 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia en el desempeño de funciones similares.

6.4 SEXO: Indistinto.

6.5 ESTADO CIVIL: Indistinto.

6.6 IDIOMA: Inglés Técnico 70%.

6.7 SISTEMAS: Manejo integral de computadoras.

6.8 CUALIDADES: Alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, habilidad física y mental.

1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Apoyar al analista químico con la preparación de reactivos, lavado de materiales y ordenamiento del Laboratorio, antes, durante y después de realizar los ensayos.

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Coordinador del Laboratorio.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI, Coordinador del Laboratorio, Asesor de Calidad.

3. FUNCIONES DEL CARGO

Satisfacer las necesidades del analista químico a la hora de realizar un análisis.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

Ordenar y limpiar los equipos según lo dispuesto por el analista químico.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O MATERIALES

Ordenar y limpiar los instrumentos y materiales según lo dispuesto por el analista químico.

4.3 POR SUPERVISIÓN

Responder directamente por la ejecución de sus funciones y no presenta personal subalterno a su cargo.



5 PERFIL DEL CARGO:

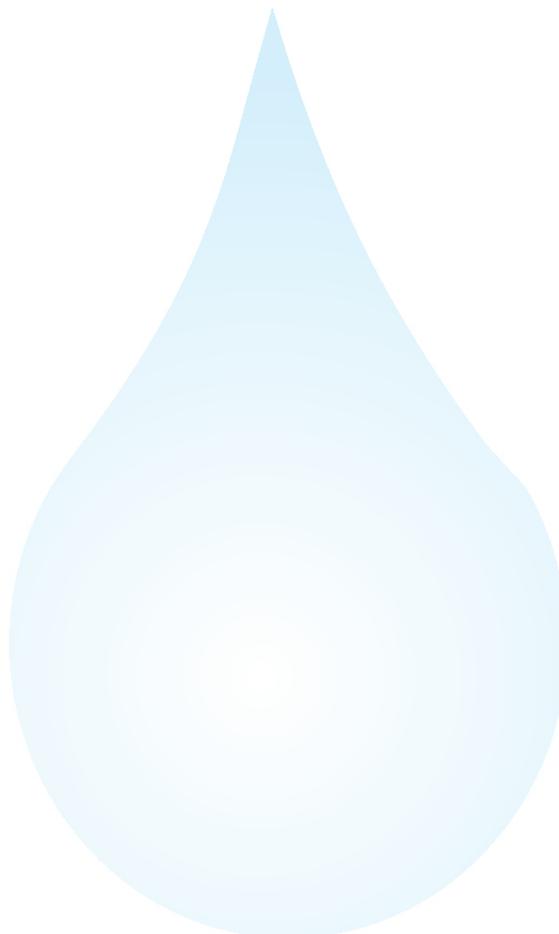
5.1 ESCOLARIDAD: Bachiller o estudiante universitario.

5.2 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia en el desempeño de funciones similares.

5.3 SEXO: Indistinto.

5.4 ESTADO CIVIL: Indistinto.

5.5 CUALIDADES: Alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, habilidad física y mental.



1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Dirigir las actividades de recolección, preservación y traslado de muestras desde el sitio de muestreo, hasta el Laboratorio; instalación, verificación y mantenimiento de aparatos hidrométricos; además de la determinación de caudales.

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Coordinador de Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI y Coordinador del Laboratorio.

3. FUNCIONES DEL CARGO

Responsabilidad gerencial

- Identificar los requerimientos propios del Departamento Técnico y diligenciar los formatos de solicitud de recursos.
- Realizar el entrenamiento e instrucción pertinente al personal captado en su respectivo Departamento.
- Realizar la revisión y análisis técnico del personal requerido de acuerdo a las necesidades en proyectos específicos.

Sistema de Calidad

- Revisar que los procedimientos que se realizan en campo estén acordes con los procedimientos preestablecidos en el Sistema de Calidad a través de los formatos.
- Implantar lo establecido en el Sistema de Aseguramiento de la Calidad en cada una de las actividades realizadas en campo.
- Ejecutar sus labores consecuentemente con lo establecido en el Sistema de Calidad.

Control de documentos y datos

- Elaborar la documentación necesaria para su área, hacerla cumplir y actualizarla.
- Solicitar cuando sea necesario la revisión o modificación de los documentos.
- Controlar la distribución de los documentos en su respectivo departamento.

Compras

- Elaborar la adquisición interna de materiales y/o servicios.
- Revisar que el producto comprado cumple con los requisitos técnicos especificados.

Identificación y trazabilidad de las muestras

- Cuidar que la identificación de la muestra se mantenga durante todo el proceso.

Control de procesos:

- Programar el tiempo de duración de cada prueba y el tiempo de duración de cada proyecto.
- Distribuir la documentación de calidad aplicable a la prueba que se realice y llevar un registro de los formatos diligenciados.
- Controlar el mantenimiento y la calibración de los equipos periódicamente y antes de la ejecución de cada prueba.
- Controlar el manejo y almacenamiento de las muestras y materiales que se recolectan u obtienen durante las actividades realizadas en campo.

Inspección y ensayo

- Verificar y controlar que se utilicen solo las materias primas y materiales autorizados respetando los requisitos especificados en el plan de calidad y/o procedimientos documentados.

Control de los registros de calidad

- Elaborar los registros generados de cada una de las actividades realizadas en su Departamento.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

- Revisa y responde directamente por el funcionamiento de los equipos empleados en las actividades llevadas a cabo en campo.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O ANÁLISIS

- Responde ante el Coordinador por los instrumentos y/o materiales empleados en la ejecución de las actividades llevados a cabo en campo.

4.3 POR PROCESOS

- Responde directamente por cada prueba realizada en campo, por los resultados obtenidos y su respectivo análisis.

4.4 POR INFORMES Y/O REGISTROS

- Responde por la elaboración de los registros de calidad generados por esta dependencia y por los informes técnicos relativos a los análisis de los resultados entregados a la coordinación del Laboratorio.

4.5 POR SUPERVISIÓN

- Responde directamente por la ejecución de sus funciones y supervisa todas las actividades técnicas llevadas a cabo en campo, al igual que todas las funciones propias de los auxiliares.

5. NIVEL DE AUTORIDAD

- Controlar todas las actividades técnicas realizadas en campo y tomar decisiones de carácter técnico.

6. PERFIL DEL CARGO

6.1 ESCOLARIDAD: Ingeniero Químico, Civil u otra Ingeniería con especialización en Ambiental.

6.2 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia como profesional en Ingeniería y trabajo en campo.

6.3 SEXO: Indistinto.

6.4 Estado Civil: Indistinto.

6.5 Idioma: Inglés Técnico 70%.

6.6 Sistemas: Manejo integral de computadores y software especializados.

6.7 Cualidades: Alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, toma de decisiones, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, aptitud para preparar informes completos y precisos, capacidad de análisis y aptitud para el manejo de instrumentos de laboratorio y equipos.

1. OBJETIVO Y ALCANCE DEL CARGO

Apoyar al Ingeniero de campo con la preparación de equipos y herramientas, lavado de materiales y ordenamiento del equipo, antes, durante y después de realizar las actividades de campo.

2. JEFE INMEDIATO Y LINEAS DE COMUNICACIÓN

2.1 JEFE INMEDIATO: Ingeniero de campo.

2.2 LINEAS DE COMUNICACIÓN: Rector, Vicerrectoría Académica, Vicerrectoría de Investigación y Proyección Social, Decano de la Facultad de Ingeniería, Director IDEI, Coordinador del Laboratorio, Ingeniero de campo.

3. FUNCIONES DEL CARGO

Satisfacer las necesidades del Ingeniero de campo a la hora de realizar la recolección de muestras y análisis en campo.

4. RESPONSABILIDADES

4.1 POR EQUIPOS

Ordenar y limpiar los equipos según lo dispuesto por el Ingeniero de campo.

4.2 POR INSTRUMENTOS Y/O MATERIALES

Ordenar y limpiar los instrumentos y materiales según lo dispuesto por el Ingeniero de campo.



4.3 POR SUPERVISIÓN

- Responder directamente por la ejecución de sus funciones y no presenta personal subalterno a su cargo.

5. PERFIL DEL CARGO

5.1 ESCOLARIDAD: Bachiller o estudiante universitario.

5.2 EXPERIENCIA: Mínimo dos años de experiencia en el desempeño de funciones similares.

5.6 SEXO: Indistinto.

5.7 ESTADO CIVIL: Indistinto.

5.8 CUALIDADES: Alto sentido de responsabilidad, de confidencialidad y de honestidad, iniciativa, capacidad para trabajar en equipo, habilidad física y mental.

NOMBRE: Maury A. Sanchez

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

CARGO

CARGO: Coordinador LAUS

CARGO: Coordinador LAUS

ELABORO

REVISO

APROBO

MANUAL DE PROCEDIMIENTOS TÉCNICOS



LABORATORIO DE AGUAS
UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA





1. TOMA Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA (1060)	3
1.2 TOMA DE MUESTRAS	10
1.3 CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA	15
2. TEMPERATURA	19
MÉTODO DE LABORATORIO Y DE CAMPO	19
3. POTENCIAL DE HIDROGENO pH	21
4. CONDUCTIVIDAD	32
5. SÓLIDOS	39
5.1 SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 105°C	42
5.2 SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS SECADOS A 180.°C	44
5.3 SÓLIDOS TOTALES EN SUSPENSIÓN SECADOS A 105 °C	47
5.4 SÓLIDOS FIJOS Y VOLATILES INCINERADOS A 550°C	50
5.5 SÓLIDOS SEDIMENTABLES	52
6. OXIGENO DISUELTO (OD)	54
6.1 MÉTODO YODOMÉTRICO	54
6.2 MODIFICACIÓN DE AZIDA	56
6.3 METODO ELECTRODO DE MEMBRANA	59
7. DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)	64
8. DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO)	76
9. GRASAS Y ACEITES	80
9.1 METODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTRICA	81
9.2 MÉTODO EXTRACCIÓN DE SOXHLET	83



1. TOMA Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA (1060)

Según viejo axioma, el resultado de cualquier determinación analítica no puede ser mejor que la muestra sobre la que se hace. No resulta práctico detallar aquí todos los procedimientos específicos de toma de muestras, dada la gran variedad de propósitos y métodos analíticos, por lo que al lado de cada uno de ellos aparecerá una información más concreta.

El objeto de la toma es la obtención de una porción de material cuyo volumen sea lo suficientemente pequeño como para que pueda ser transportado con facilidad y manipulado en el laboratorio sin que por ello deje de presentar con exactitud la materia de donde procede. Este objetivo implica que la proporción o concentración relativa de todos los componentes serán las mismas en las muestras que en el material de donde proceden, y que dichas muestras serán manejadas de tal forma que no se produzca alteraciones significativas en su composición antes de que se hagan las pruebas correspondientes.

La persona que recoge una muestra y la lleva a un laboratorio para realizar unas determinaciones específicas es responsable de su validez. Al trabajar con aguas limpias y residuales, el laboratorio suele dirigir u orientar el programa de la toma de muestras, que se determina tras consultar al destinatario de los resultados del análisis. Esta consulta es esencial para asegurar que la elección de las muestras y de los métodos analíticos proporcione una auténtica base para resolver los problemas que plantea la recogida de muestras.

1. Precauciones generales.

La obtención de una muestra que cumpla los requisitos del programa de toma y manipulación implica que aquella no debe deteriorarse o contaminarse antes de llegar al laboratorio. Antes de llenar el envase con la muestra hay que lavarlo dos o tres veces con el agua que se va a recoger, a menos que el envase contenga un conservante o un clorante. Según los análisis que deban realizarse, hay que llenar el envase por completo (en la mayoría de los análisis orgánicos), o dejar un espacio vacío para aireación, mezcla, etc. (análisis microbiológico). En el caso de muestras que hayan de ser transportadas, lo mejor es dejar un espacio de alrededor del 1% de la capacidad del envase para permitir la expansión térmica.



En las muestras que contienen compuestos orgánicos y vestigios metálicos hay que tomar precauciones especiales. Teniendo en cuenta que muchos de sus componentes pueden tener unas concentraciones de algunos microgramos por litro, cabe la posibilidad de que se pierdan total o parcialmente si la recogida es defectuosa o no se toman las precauciones necesarias para su conservación.

En algunos casos, solo pueden obtenerse muestras representativas si se hacen mezclas de varias tomas obtenidas a lo largo de un determinado periodo o en muchos puntos distintos de recogida. Los detalles de la toma de muestras varían mucho según las condiciones locales, y no pueden hacerse recomendaciones específicas que sean de aplicación universal. A veces proporciona más información analizar numerosas muestras en lugar de una sola, ya que de este modo no se pierden los valores máximos y mínimos.

La toma debe realizarse con cuidado, al objeto de garantizar que el resultado analítico represente la composición real. Entre los principales factores que influyen sobre los resultados se encuentran la presencia de materia suspendida o turbidez, el método elegido para la recogida y los cambios físicos y químicos producidos por la conservación o la aireación. Es necesario tomar precauciones cuando en el procesado de muestras (división, mezcla, separación, filtrado) se han de analizar componentes residuales, sobre todo metálicos y compuestos orgánicos. Algunos análisis, en especial el de plomo, pueden quedar invalidados por alguna contaminación producida durante el procesado. Hay que tratar cada muestra de forma individual según las sustancias a analizar, cantidad y naturaleza de la turbidez existente y otras condiciones que puedan influir en los resultados.

No resulta práctico proporcionar directrices que abarquen todas las situaciones, pudiéndose dejar al juicio del analista la elección de la técnica idónea para conseguir que la muestra recogida sea homogénea. En general, se separa toda cantidad significativa de materia suspendida mediante decantación, centrifugación o filtración adecuada. A menudo es posible tolerar un grado pequeño de turbidez si se sabe por experiencia que ellos no interferirán en los análisis gravimétricos o volumétricos que se puede corregirse sus efectos sobre los análisis colorimétricos sobre los que potencialmente podría ejercer mayor interferencias. Si la turbidez es notable, hay que



decidir si se filtra o no la muestra para medir la cantidad total de un componente, no hay que eliminar los sólidos suspendidos, si no tratarlo de forma adecuada.

Hay que hacer un registro de todas las muestras identificada cada envase, preferiblemente pegando una chapa o etiqueta debidamente señalad. Hay que registrar una información suficiente de manera que se pueda realizar una identificación positiva de la muestra en fechas posteriores y en esta información debe constar el nombre de que ha hecho la toma, la fecha, la hora y la localización exacta, la temperatura del agua y cualquier otro dato que pueda resultar necesario para establecer relación, como condiciones meteorológicas, el nivel del agua, la velocidad de la corriente, la manipulación de la recogida, entre otros. La etiqueta debe tener espacio suficiente para que pueda ponerse las iniciales de todo lo que asume la custodia de la muestra y para la fecha y el momento del envío al solicitarse. Hay que fijar los puntos de recogida mediante una descripción detallada, con mapa o con la utilización de postes, boyas o mojones que permitan su identificación por otras personas sin que estas tengan que recurrir a la memoria de quien realizó la toma o tengan que ser guiada al lugar. En los casos en que se prevea la utilización de los resultados de los análisis en litigios deberán utilizarse procedimientos formales de "cadena de custodia", en los cuales se describa el historial de la muestra desde su toma hasta el informe final.

Las muestras calientes recogidas a presión se deberán ser enfriadas mientras se mantienen aún en dicha presión.

Antes de recoger muestras de un sistema de abastecimiento hay que dejar que el agua corra por las tuberías al objeto de asegurar que la muestra es representativa del suministro teniendo en cuenta el diámetro y la longitud de la conducción y de la velocidad del flujo.

La recogida de muestras de un pozo se hará después de haber bombeando una cantidad suficiente como para asegurar representa al agua del subsuelo. A veces es necesario bombear a una velocidad determinada para conseguir un descenso de nivel que permita determinar la zona de donde proviene el aporte al pozo. Se registrará la velocidad del bombeo y el descenso del nivel. Cuando se analizan muestras recogidas de un río o arroyo, los resultados pueden variar según la profundidad, la velocidad de la corriente, la distancia de la orilla y la separación entre ambas orillas; si se dispone del equipo adecuado se hará una toma "integral" desde la superficie al fondo en la zona media de la corriente o de un lado al otro a una



profundidad media, de forma que la muestra sea integrada en relación con el flujo. Si sólo se hace una toma pequeña, se hará en el centro de la corriente a una profundidad media.

Los lagos y pantanos presentan considerables variaciones debidas a causas normales, como la estratificación estacional, la cantidad de lluvia caída el desagüe y el viento. La elección del lugar, la profundidad y la frecuencia de las tomas de muestras se harán dependiendo de la condiciones locales y del objetivo del estudio. En cualquier caso se evitará la espuma superficial.

Para determinado componente es muy importante el lugar en el que se recoge la muestra hay que evitar las áreas de turbulencia excesiva, a causa de la posible pérdida de componentes volátiles y presencia de material tóxico. No hay que recoger muestras en vertederos, ya que su localización tiende a favorecer la obtención de compuestos no miscibles más ligeros que el agua. En general, la toma se hará bajo la superficie en áreas tranquilas. Si se necesita muestra mezclada, hay que tener cuidado de que al hacer la mezcla no se pierda los componentes de la misma a causa de una manipulación inadecuada de la parte que se está combinando. Por ejemplo, el vertido casual de las muestras en lugar de la adición de unas a otras mediante un sifón sumergido puede dar lugar a una volatilización innecesaria. Cuando sea preciso, se refrigerará la muestra para minimizar la volatilización.

Utilice sólo muestras representativa (o recogida según el programa de toma de muestra) para hacer los análisis. La gran cantidad de condiciones bajo las cuales han de hacerse la toma hacen que resulte imposible recomendar un procedimiento único. En general, hay que tener en cuenta las pruebas o análisis que se vayan a realizar y el fin para el que se requieren los resultados.

2. Consideraciones sobre seguridad

Habida cuenta que los componentes de la muestra pueden ser tóxicos, durante la toma y la manipulación de las mismas hay que adoptar la precaución adecuada las sustancias tóxicas pueden penetrar a través de la piel y, en el caso de los vapores, a través de los pulmones. Pude producir se una ingestión accidental mediante un contacto directo con los alimentos o por absorción de vapores por los mismos. Las precauciones pueden limitarse a llevar unos guantes o proveerse de batas, delantales u otros sistemas de protección.



Siempre hay que llevar una protección ocular. Cuando puedan existir vapores tóxicos la toma de la muestra solo se realizará en lugares bien ventilados o mediante el uso de un respirador o dispositivos a fines. En el laboratorio, los envases se han de abrir en una campana de gases, nunca deben colocarse alimentos cerca de las muestra o de los lugares de toma; lávese siempre las manos antes de manipular alimentos.

Si existe la posibilidad de hallar compuestos orgánicos inflamables, se tomarán las adecuadas precauciones. Quedará prohibido fumar cerca de las muestras, de los lugares de toma y del laboratorio. Manténgase alejada de las muestras y de los lugares de recogida las chispas, las llamas y las fuentes de calor excesivos. Evítese la acumulación de vapores inflamables en el refrigerador donde se conservan las muestras, pues los arcos eléctricos que se forman en los contactos del termostato, la luz de la puesta u otros componentes eléctricos pueden desencadenar un fuego o una explosión. Si se sospecha o se sabe que existe compuestos inflamables que han de ser refrigerados, se utilizará sólo refrigeradores especialmente diseñados a prueba de explosión.

Cuando existan dudas sobre la magnitud de las precauciones a adoptar, se consultará con un especialista en sanidad industrial que posea los conocimientos adecuados. Las muestras son contaminantes radiactivos requieren otras medida de seguridad, consúltese a un físico especializado en sanidad.

3. Tipos de muestras

- a. Muestras de Sondeo: Estrictamente hablando, una muestra recogida en un lugar y un momento determinado sólo puede representar la composición de la fuente en ese momento y lugar sin embargo, cuando se sabe que una fuente es bastante constante en su composición durante un periodo considerable o a lo largo de distancia sustanciales en todas direcciones, puede decirse que en una muestra de dicha fuente representará un periodo de tiempo más largo o un volumen mayor o ambas cosas, con respecto al punto específico en el que fue recogida. En estas circunstancias, algunas fuentes pueden estar bien representadas por una simple muestra de sondeo. Es el caso de algunos suministros de agua, algunas aguas superficiales y, más raramente algunas corrientes de aguas residuales.



Cuando se sabe que una fuente varía con el tiempo, las muestras de sondeo regidas a intervalos adecuados y analizada por separado, puede mostrar la amplitud, la frecuencia y la duración de tales variaciones. Hay que hacer la recogida de la muestra teniendo en cuenta la frecuencia con que se separan estos cambios, lo que puede variar desde 5 minutos a una hora o más. Las variaciones estacionales de los sistemas naturales pueden exigir la realización de tomas a lo largo de meses. Cuando la composición de la fuente varía en el espacio y no en el tiempo, hay que hacer la toma de la muestra en los lugares adecuados.

Hay que tener gran cuidado al hacer tomas de muestra en aguas residuales impuras, a orillar lodosas y fangosas. No pueden recomendarse procedimientos definitivos pero es preciso adoptar todas las precauciones posibles para conseguir que las muestras sean representativas o se ajusten al programa de toma.

- b.** Muestras compuestas: En la mayoría de los casos, “la expresión compuestas” Se refiere a una mezcla de muestras sencillas recogidas en el mismo punto en distintos momentos. A veces se utiliza la expresión “compuesto tiempo” para distinguir este tipo de muestras de otros puntos las muestras compuestas tiempo son las más útiles para determinar las concentraciones medias que se han de utilizar por ejemplo para calcular la carga o la eficiencia de una planta de tratamiento de aguas residuales. Como alternativa al análisis separado de un gran número de muestras seguido de la computarización de los resultados medios y totales, las muestras compuestas representan un ahorro sustancial de trabajo y gastos de laboratorio. Con este objeto se considera como estándar para la mayoría de los análisis una muestra compuesta que represente un periodo de 24 horas. Sin embargo en determinadas circunstancias puede resultar preferible una muestra compuesta que represente una desviación, un periodo más corto o el ciclo completo de una operación periódica. Para valorar los efectos de descarga y operaciones especiales como variables irregulares, han de recogerse muestras compuestas que representen los periodos en los que tienen lugar dichas circunstancias.

Para determinar componentes o características sujetas a cambios importantes e inevitables durante la conservación, no deben utilizarse muestras compuestas. Los análisis de este tipo se harán en



muestras individuales y lo más rápidamente posible después de su recogida, con frecuencia en el mismo lugar de la misma. Ejemplo de este tipo de análisis son los de todos los gases disueltos, el cloro residual, el sulfuro soluble, la temperatura y el pH. Los cambios en este tipo de componentes como el oxígeno o el dióxido de carbono disueltos, la temperatura o el pH, pueden producir alteraciones secundarias en otro componente inorgánico, como hierro, magnesio, alcalinidad o dureza. Solo se utilizará muestras compuestas-tiempo por la valoración de componentes cuya inalterabilidad a las condiciones de toma y conservación de las muestras haya quedado comprobada.

Las porciones individuales se recogen en envases de abertura amplia con un diámetro de al menos 35 mm en la boca y con una capacidad de 120 ml como mínimo. Se recogen estas muestras cada hora (en algunos casos, cada media hora o incluso cada 5 minutos) y se mezcla una vez concluida la toma o se combina en una sola botella a medida que se van recogiendo, si se utilizan conservantes, esto se añadirá inmediatamente al envase de la muestra de forma que todas las porciones de la mezcla queden protegidas lo antes posible. A veces puede ser necesario analizar las muestras individuales.

Resulta conveniente, y a menudo esencial combinar las muestras individuales en volúmenes proporcionales al flujo. Un volumen individual de muestras de 2 a 3 litros es suficiente para analizar depuradoras, corrientes y aguas residuales.

Existen aparatos automáticos de toma de muestras pero no deben utilizarse a menos que se conserve las muestras de las formas antes indicadas. Hay que limpiar a diario los aparatos de toma, incluido los envases de toma, incluidos los envases para eliminar el crecimiento de organismos biológicos y otros depósitos.

- c. **Muestras Integradas:** En algunos casos, la información necesaria se obtiene analizando mezcla de muestras individuales, recogidas en distintos puntos al mismo o con la menor separación temporal que sea posible. A veces, las muestras de este tipo se denominan integradas. Un ejemplo de la necesidad de las mismas es el de los ríos o corrientes cuya composición varía según la anchura y la profundidad. Para valorar la composición media o la carga total, hay que recurrir a mezclas de muestras que representen distintos

puntos de la sección transversal y que sean proporcionales a los flujos relativos. También puede ser necesario recurrir a muestras integradas cuando se proponen tratamientos combinados para varias corrientes distintas de aguas residuales, cuya interacción puede tener un efecto significativo sobre la tratabilidad o incluso sobre la composición. La predicción matemática de las interacciones puede resultar inadecuada o imposible, de manera que el análisis de una muestra integrada representativa puede proporcionar una información muy útil.

Los lagos naturales y artificiales muestran variaciones en su composición, tanto en profundidad como en sentido horizontal. Sin embargo, en muchos casos ni los resultados totales ni los medios resultan especialmente significativos; son más importantes las variaciones locales. En estos casos, en lugar de analizar muestras integradas, hay que estudiar muestras individuales.

La preparación de muestras integradas suele precisar un equipo especial para hacer la toma a una profundidad conocida sin que esta se mezcle con el agua de capas más superficiales. Suele ser necesario conocer el volumen, el movimiento y el agua a estudiar. Por tanto, la toma de muestras integradas es un proceso especializado y complejo que no puede describirse con detalle.

1.2 TOMA DE MUESTRAS.

1. Procedimiento de cadena de vigilancia: es esencial asegurar la integridad de las muestras desde su toma hasta la emisión del informe. Ello implica hacer una relación del proceso de posesión y manipulación de la muestra desde el momento en que fue tomada hasta el de su análisis y eliminación final. Este proceso se denomina cadena de vigilancia, y es importante en el caso de que los resultados deban presentarse en un litigio. Si no es este el caso, el procedimiento de cadena de vigilancia resulta útil como control rutinario de la trayectoria de la muestra.

Se considera que una muestra está bajo vigilancia personal se encuentra en posición física de una persona, que es la que se encarga de custodiarla y de protegerla de posibles falsificaciones, o si se encuentra en una zona de acceso limitado al personal autorizado. A continuación se resumen los principales aspectos de la cadena de vigilancia.



- a. Etiquetado de la muestra: Utilícese etiquetas para evitar falsa identificación de la muestra. Suelen resultar adecuadas las etiquetas adhesivas o las chapas. En ella debe constar al menos la siguiente información: N° de la muestra, nombre del que ha hecho la toma, fecha y momento de la toma y lugar de la misma.

Hay que adherir las etiquetas a los envases antes o en el momento de hacer la toma. La etiqueta se rellena con tinta indeleble en el momento de la toma.

- b. Sellado de la muestra: Se utilizarán sellos para detectar cualquier falsificación de la muestra que pueda hacerse antes del análisis. Se recurrirá para ello a sellos adhesivos del papel en los que conste al menos la siguiente información: número de la muestra (idéntico al número de la etiqueta), nombre del que ha hecho la toma y fecha y momento de la misma. También puede utilizarse sellos de plástico.

El sello se colocará de forma tal que sea necesario romperlo para abrir el envase. El sellado ha de realizarse antes de que el envase haya sido apartado de la vigilancia del personal que ha hecho la toma.

- c. Libro de registro de campo: toda la información pertinente en un estudio de campo o toma de muestra se registrará en un libro en el que al menos constará lo siguiente: Objeto de la toma, localización del punto donde se ha hecho, nombre y dirección del contacto de campo, productor del material del que se ha hecho la toma y dirección del dicho productor, en caso de que sea distinta de la del lugar de obtención de la muestra, y tipo de muestra. Si ésta procede de agua residual, hay que identificar el proceso que las produce. También es necesario hacer constar la posible composición de la muestra, incluyendo sus concentraciones, el número y volumen de muestra tomada, la descripción del punto donde se ha hecho la toma y el método de la misma, la fecha y el momento de la toma, el número de identificación del que ha hecho la toma, referencia del lugar en forma de mapa o fotografía, observaciones y mediciones de campo y firmas del personal responsable de las observaciones. Dado que las situaciones de toma de muestras son muy variadas, no pueden darse reglas generales acerca de la información que debe



registrarse en el libro, pero en cualquier caso conviene incluir la información suficiente como para que pueda reconstruirse la toma de la muestra sin tener que confiar en la memoria del que la ha hecho. El libro de registro debe estar protegido y guardado en un lugar seguro.

- d. Registro de la cadena de custodia o vigilancia: es preciso rellenar el registro de la cadena de vigilancia que acompaña a cada muestra o grupo de muestras. Este registro debe constar la siguiente información: N° de la muestra, firma del que ha hecho la toma, fecha, momento y lugar de la toma, tipo de la muestra, firma de la persona que participó en la cadena de posesión y fecha de las distintas posesiones.
- e. Hoja de petición de análisis de la muestra: la muestra irá al laboratorio acompañada por una hoja de petición de análisis. La persona que hace la toma deberá complementar el apartado referido al trabajo de campo, en el que se incluye gran parte de la información pertinente anotada en el libro de registro. El apartado del impreso que corresponde al laboratorio deberá ser rellenado por el personal de éste, y consta de: nombre de la persona que recibe la muestra, número de la muestra en el laboratorio, fecha de recepción y análisis a realizar.
- f. Envío de la muestra al laboratorio: La muestra debe ser enviada en el menor tiempo posible al laboratorio con la cadena de vigilancia y la hoja de petición de análisis. La muestra se entregará a la persona que deba encargarse de su custodia.
- g. Recepción y almacenamiento de la muestra: en el laboratorio, la persona en cargada debe cerciorarse de la información consignada tanto en la etiqueta como en el sello y cadena de vigilancia; debe asignar un número de laboratorio y registrarla en el libro. La muestra se almacena a temperaturas adecuadas para su conservación hasta que sea asignada a un analista.
- h. Asignación de la muestra para ser analizada: En general, el supervisor del laboratorio es el que asigna la muestra para que sea analizada. Una vez en el laboratorio, el supervisor o el analista son los responsables del cuidado y la vigilancia de la muestra.

2. Métodos de toma de muestra.

- a. Toma Manual: En la toma manual se supone que no se utiliza equipo alguno, pero este procedimiento puede resultar demasiado costoso en tiempo y dinero en programa de toma rutinaria de muestra o a gran escala.
- b. Toma Automática: mediante la toma automática se pueden eliminar los errores humanos en la manipulación, se reducen los costos laborales y se proporciona la posibilidad de hacer tomas con mayor frecuencia, por lo que su uso está cada vez más extendido. Es preciso comprobar que el aparato automático no contamine la muestra. Por ejemplo, los componentes plásticos pueden ser incompatibles con determinados compuestos orgánicos solubles en los plásticos. Si se sabe aproximadamente cuales son los componentes de la muestra, el fabricante del aparato automático puede informar sobre las posibles incompatibilidades de los componentes plásticos en algunos casos, lo mejor es hacer la toma manual con un envase de vidrio según un procedimiento que garantice la adecuada seguridad.

Los aparatos automáticos de toma de muestra se programan de acuerdo con las específicas de dicha toma. Hay que controlar con precisión la velocidad de bombeo y el tamaño de los tubos según el tipo de muestra que requiere recogerse.

3. Envase de la Muestra

El tipo de envase que se utilice tiene una importancia capital. En general, los envases están hechos de plástico o vidrio y según los casos puede resultar preferible uno u otro de estos materiales. Por ejemplo el sílice y el sodio puede lixiviarse en el vidrio pero no en el plástico y los materiales pueden dejar residuos absorbidos en las paredes de los envases de vidrio. Para muestras que contienen compuestos orgánicos, sin embargo, conviene evitar los envases de plástico salvo los fabricados con polímeros como poli tetrafluoretileno (TFE).

En el caso de muestras que contienen compuestos orgánicos volátiles, algunos de estos pueden disolverse en las paredes de los envases de plásticos o incluso pueden lixiviar sustancias de esta material. Los envases de plástico pueden degradarse y romperse. Algunos compuestos orgánicos son compatibles con determinados plásticos

(véase la instrucción de los fabricantes) sin embargo, aunque se esté seguro de la compatibilidad hay que tener en cuenta que las paredes de los envases de plástico pueden resultar porosas para los compuestos orgánicos volátiles.

En general, en estos casos es preferible utilizar envases de vidrio. Los tapones de los envases que suelen ser de plástico también pueden plantear problemas al ponerse en contacto con componentes orgánicos. En estos casos se utilizarán de metal o de TFE. Los viales de suero con tabique de plástico o goma recubierta de TFE pueden resultar útiles.

4. Numero de muestra.

Teniendo en cuenta las variaciones aleatorias, tanto en los procedimientos analíticos como en la presencia de componentes en el lugar de la toma de la muestra, una sola de ellas puede resultar insuficiente para alcanzar el nivel de certidumbre deseado. Si se conoce la desviación estándar global, el número necesario de muestra pueden calcularse con la siguiente formula:

$$N \geq \left(\frac{ts}{U} \right)^2$$

Dónde:

N: número de muestra

t: t de student para un nivel de confianza determinado

s: desviación estándar global

U: nivel de confianza aceptable.



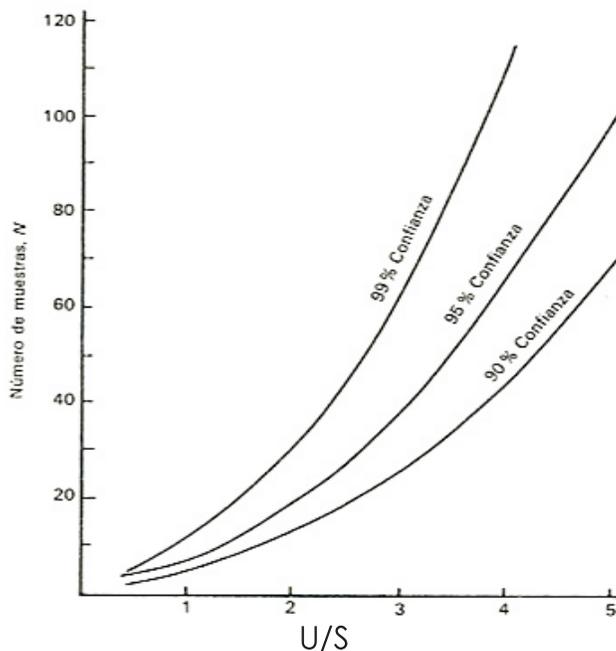


Figura 1. Número aproximado de muestras necesarias para calcular una concentración media.

Las curvas del tipo de las ilustradas en la figura anterior ayudan a hacer el cálculo. Por ejemplo, si S es 0.5 mg/l , $U \rho 0.2 \text{ mg/l}$ y se desea un nivel de confianza del 95% , hay que recoger de 25 a 30 muestras.

5. Cantidades.

Para la mayoría de los análisis físicos y químicos se necesitan muestras de 2 l. par determinadas pruebas pueden requerirse volúmenes mayores. En la tabla N. 1 se muestran los volúmenes necesarios para el análisis.

No debe usarse la misma muestra para estudios químicos (orgánicos e inorgánicos), bacteriológicos y microbiológicos pues los métodos de toma y manipulación de la misma son distintos.

A continuación se muestra la **Tabla N°1. RESUMEN DE REQUERIMIENTO ESPECIALES PARA TOMA DE MUESTRAS O MANIPULACIÓN.**

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Aceites y grasas	Vidrio (calibrado)	1.000	Añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2 refrigere	28 días/28 días
Acidez	Plástico, Vidrio Borosilicato	100	Refrigerar	24h/14 días
alcalinidad	Plástico, Vidrio	200	Refrigerar	24h/14 días
BOD	Plástico, vidrio	1000	Refrigerar	6h/48h
Boro	Plástico	100	Ninguno	28 días/6 meses
Bromuro	Plástico, vidrio	Ninguno	28 días/28 días
Carbono Orgánico, Total	Vidrio	100	Analizar inmediatamente; o refrigerar y añadir HCl hasta pH<2	7 días/28 días
Cianuro Total	Plástico, vidrio	500	Añadir NaOH hasta pH >12, Refrigerar en oscuridad	24 horas/14 días; 24 horas si hay sulfuro
Cianuro Susceptible de cloración	Plástico, vidrio	500	Añadir 100g de Na ₂ S ₂ O ₃ /L	Inmediato/14 días; 24 horas si hay sulfuro
Cloro, Dióxido	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/No consta
Cloro, Residual	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/inmediato
Clorofila	Plástico, vidrio	500	30 días en oscuridad	30 días/No Consta
QOD	Plástico, vidrio	100	Analizarlo antes posible, o añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2; refrigerar	7 días/28 días
Color	Plástico, vidrio	500	Refrigerar	48 horas/48 horas
Pesticidas	Vidrio lavado con disolvente orgánico, revestimiento de TFE, tapadera	Refrigerar, añadir ácido ascórbico, 1000mg/l, si existe cloro residual.	7 días/7 días hasta extracción, 40 días tras extracción.
fenoles	Plástico, vidrio	500	Refrigerar, añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2	/28 días

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Purgables por purgaj atrapamiento	Vidrio, revestimiento de TFE, tapadera	50	Refrigerar, añadir HCl hasta pH<2; 1000mg/l de ácido ascórbico si existe cloro residual.	7 días/14 días
Conductividad	Plástico, vidrio	500	Refrigerar	28 días/28 días
Dureza	Plástico, vidrio	100	Añadir HNO ₃ hasta pH<2	
Fluoruro	Plástico	300	Ninguno	28 días/28 días
Fosfatos	Vidrio (lavado con 1+1 HNO ₃)	100	Para fosfato disuelto, filtrar inmediatamente; refrigerar	48 horas/No consta
Gas digestor de lodo	Vidrio, Botella de gas	No consta
Metales en general	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	Metales disueltos, filtrar inmediatamente, añadir HNO ₃ hasta pH<2	6 meses/6 meses
Cromo VI	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	300	Refrigerar	24 horas/24 horas
Cobre (colorimetría)
Mercurio	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	500	Añadir HNO ₃ hasta pH<2, refrigerar a 4°C	28 días/28 días
Nitratos	Plástico, Vidrio	100	Analizar lo antes posible, o refrigerar	49 h/48h (28 días para muestras cloradas.
Nitratos + Nitritos	Plástico, Vidrio	200	Añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2 refrigere	Ninguno/28 días
Nitrito	Plástico, Vidrio	100	Analizar lo antes posible, o refrigerar	Ninguno/28 días
Amoníaco	Plástico, Vidrio	500	Analizar lo antes posible o añadir H ₂ SO ₄ hasta pH <2, refrigerar	7 días/28 días
Olor	Vidrio	500	Analizar lo antes posible, refrigerar	6 horas/N.C

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Oxígeno Disuelto (Winkler)	Vidrio, botella de DBO	300	Puede retrasarse la titulación tras la acidificación	8 horas/8 horas
Ozono	Vidrio	1000	Analizar inmediatamente	0,5 horas/N.C
pH	Plástico, Vidrio	Analizar inmediatamente	2 horas/inmediato
Sabor	Vidrio	500	Analizarlo antes posible, refrigerar	24 horas/N.C
Salinidad	Vidrio, sello de lacre	240	Analizar inmediatamente o utilizar sello de lacre	6 mese/N.C
Silíce	Plástico	Refrigerar, no congelas	28 días/28 días
Sólidos	Plástico, vidrio	Refrigerar	7 días/2-7 días
Sulfatos	Plástico, vidrio	Refrigerar	28 días/28 días
Sulfuro	Plástico, vidrio	100	Refrigerar, adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100ml; añadir NaOH hasta pH>9	28 días/7 días
Temperatura	Plástico, vidrio	Analizar inmediatamente	inmediato/inmediato
Turbidez	Plástico, vidrio	Analizar el mismo día; guardar en oscuridad hasta 24 horas, refrigerar.	24 horas/48 horas
Yodo	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/N.C.

1.3 CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

Una completa e inequívoca conservación de la muestras, sean estas procedentes de aguas residuales domésticas, residuos industriales o residuos naturales, es imposible en la práctica. Con dependencia del tipo de muestras de que se trate, nunca pueden conseguirse la estabilidad completa de todos sus componentes. En el mejor de los casos las técnicas de conserva solo retrasarían los cambios químicos y biológicos que inevitablemente se producen después de la toma.

1. Conservación de la muestra antes del análisis

- a. Naturaleza de los cambio de la muestra: algunos análisis pueden verse afectados con mayor facilidad que otros por los efectos de la conservación de la muestra. Algunos cationes se pierden por absorción en las paredes de los envases de vidrio o por intercambios iónicos con ellas. Entre estos cationes se encuentran el aluminio, el cadmio, el cromo, el cobre, el hierro, el plomo, el magnesio, la plata y el zinc por lo que, en estos casos es mejor utilizar un envase diferente y limpio y acidificar con ácido nítrico hasta un pH inferior a 2.0 para reducir al máximo la absorción en las paredes del envase.

La temperatura cambia rápidamente; el pH puede cambiar de forma significativa en cuestión de minutos; los gases disueltos pueden perderse (oxígeno, dióxido de carbono). Hay que determinar, pues, la temperatura, el pH y los gases disueltos en el momento de hacer la toma. Al cambiar el equilibrio el pH-alcalinidad-dióxido de carbono, el carbonato de calcio puede precipitar y dar lugar a una disminución de los valores del calcio y de la dureza total.

El hierro y el magnesio son muy solubles en el estado de menor oxidación, pero relativamente insoluble en su estado de mayor oxidación; por tanto, estos cationes pueden precipitar o disolverse si se encuentra en un sedimento, dependiendo del potencial redox de la muestra. La actividad microbológica puede ser la responsable de los cambios en el contenido de nitratos-nitrito-amoniaco, de la disminución en la concentración de fenoles y de DBO, o de una reducción de los sulfatos a sulfitos. El cloro residual es reducido a cloro. Pueden perderse por oxidación los sulfuros, los sulfitos, los iones ferrosos, yoduro y el cianuro. Pueden aumentar, disminuir o cambiar de calidad el color, el olor y la turbidez. El

sodio, el sílice y el boro pueden lixiviarse a partir del vidrio del envase. El cromo hexavalente puede ser reducido a ión crómico.

Los cambios biológicos que se producen en una muestra pueden modificar el estado de oxidación de sus componentes. Los solubles pueden ser convertidos a materiales unidos orgánicamente en las estructuras celulares o puede producirse una lisis celular que libere materiales celulares a la solución. Los bien conocidos ciclos del nitrógeno y del fósforo son sinónimos de influencia biológicos de la composición de una muestra.

Para la conservación de muestras con orgánicos volátiles es importante que no exista espacio vacío. Se evitará la pérdida de materiales volátiles si se hace la toma llenando completo el envase con la muestra, para la cual se hará rebosar aquel antes de taparlo o sellarlo. Los diales de suero con tapón tabicado son especialmente útiles ya que a través de dicho tapón puede tomar una porción de la muestra con una jeringa.

- b. Intervalo de tiempo entre la toma y el análisis: en general, mientras menos sea el tiempo que transcurre entre la toma de la muestra y sus análisis, más fiable será el resultado del mismo. Para determinados componentes y valores físicos es necesario proceder a un análisis inmediato sobre el terreno. En el caso de muestras compuestas, es habitual considerar el momento en el que se acaba de hacer la mezcla como el momento de la toma de la muestra.

Es imposible establecer con exactitud el tiempo máximo que puede transcurrir entre la toma de la muestra y su análisis; ello depende del carácter de la muestra, del tipo de análisis a realizar y de las condiciones de conservación. Los cambios debidos al crecimiento de microorganismos se retrasa mucho si se mantiene la muestra en la oscuridad y a baja temperatura. Cuando el intervalo entre la toma y el análisis es lo suficientemente largo como para producir cambios en la concentración o en el estado físico de los componentes a medir, se seguirán las instrucciones de conservación que se ofrecen en la tabla 1. Se registrará el tiempo transcurrido entre la toma de la muestra y su análisis y, en el caso de que se haya añadido algún conservante, se identificará este.



2. Técnica de conservación.

Para reducir al máximo la posible volatilización o biodegradación entre el momento de hacer la toma y el de proceder al análisis, se debe mantener la muestra a la menor temperatura posible sin que llegue a congelarse. Lo mejor es empaquetar la muestra antes de enviarla en un recipiente con hielo molido o en cubitos o con sustitutos comerciales de hielo. No debe utilizarse hielo seco, pues éste congelaría la muestra, lo que podría ocasionar la ruptura del envase. El hielo seco puede, además, afectar el pH de la muestra. Mientras se hace la mezcla, las muestras deben mantenerse con hielo o un sistema de refrigeración a 4°C. Las muestras se analizarán lo antes posible una vez llegadas al laboratorio.

Si no es posible hacerlo de manera inmediata, se recomienda conservarlas a 4°C en la mayoría de los casos. Sólo se utilizarán conservantes químicos cuando se haya demostrado que no van a estropear el análisis. En caso de que se utilicen, deberán añadirse al envase antes de poner la muestra, de manera que todas las partes de esta entre en contacto con el conservante en el momento en que sean recogidas. No existe ningún método de conservación útil para un análisis determinado puede ser inadecuado para otros, por lo que a veces es necesario hacer varias tomas y conservarlas por separado para someterlas a análisis múltiples. Todos los métodos de conservación pueden ser inadecuados si se aplican a materias en suspensión. El formaldehído afecta a la mayoría de los análisis, por lo que no debe utilizarse.

Los métodos son relativamente limitados, y están diseñados, en general, para retardar la acción de los microorganismos, retardar la hidrólisis de los complejos químicos y reducir la volatilidad de los componentes.

Los métodos de conservación se limitan al control del pH, la adición de productos químicos, el uso de envases ámbar u opacos, la refrigeración, la filtración y la congelación. En la tabla 1 se enumeran los métodos de conservación según los componentes.

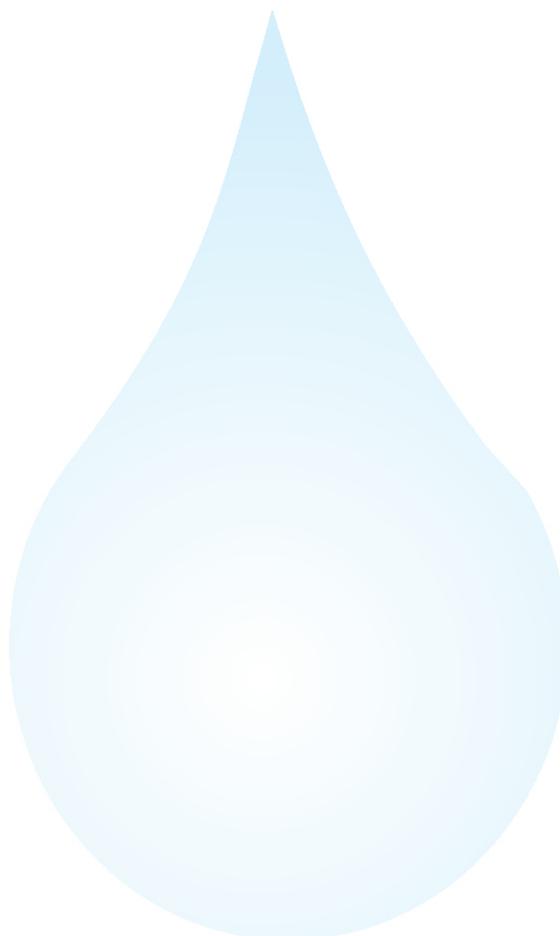
La exposición anterior no es en absoluto exhaustiva ni completa. Es claramente imposible dar reglas absolutas para evitar todas las alteraciones que puedan producirse. Al abordarse cada uno de los análisis concretos se encontrarán indicaciones adicionales, pero, en



gran medida, la precisión de una valoración analítica se fundamenta en la experiencia y el buen juicio de la persona que hace la toma de la muestra.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación de la Temperatura, Método 2550 B.



2. TEMPERATURA

La lectura de cifras de temperatura se utiliza en el cálculo de diversas formas de alcalinidad, en estudios de saturación y estabilidad respecto al carbonato de calcio, en el cálculo de la salinidad y en las operaciones generales de laboratorio. En los estudios limnológicos, con frecuencia se requiere temperaturas de agua en función de la productividad. Las temperaturas elevadas, consecuencia de descargas de agua calentada, pueden tener un impacto ecológico significativo. A menudo, la identificación de la fuente de aporte hídrico, como en los manantiales profundos, sólo es posible efectuando medidas de temperatura. Las plantas industriales suelen pedir datos de temperatura del agua para uso sistemático o cálculos de transmisión de calor.

MÉTODO DE LABORATORIO Y DE CAMPO

1. Medida de Temperatura de aguas no profundas en laboratorios y otras valoraciones de temperatura de aguas no profundas.

Normalmente, las mediciones de temperatura pueden realizarse con cualquier termómetro Celsius de mercurio, que, como mínimo, deberá tener una escala con marcas cada 0,1 °C sobre el tubo capilar y una capacidad térmica mínima que permita un equilibrio rápido. Compruébese periódicamente con un termómetro de precisión certificado por el National Institute of Standards and Technology (NIST, antes National Bureau of Standards), que se utilizan con un certificado y cédula de corrección. Para operaciones de campo, utilícese un termómetro con estuche metálico a fin de evitar roturas.

2. Medidas de temperaturas en aguas profundas.

Las temperaturas de aguas profundas requeridas por los estudios limnológicos pueden medirse con un termómetro reversible, un termofono o un termistor. El termistor es el más conveniente y exacto pero su elevado costo dificulta su uso. Antes de utilizarse en mediciones de campo, calíbrese cualquiera de los mencionados dispositivos de medida de temperatura con un termómetro certificado del NIST. Efectúese la lectura con el termómetro o dispositivo similar

sumergido en el agua el tiempo suficiente para permitir un equilibrio total. Anótese los valores que más se aproximen a 0.1 o 1.0 °C.

El termómetro utilizado generalmente para medidas de profundidad es el termómetro de tipo reversible. A menudo está montado en el aparato de recogida de muestra, de modo que puede obtenerse simultáneamente una muestra de agua. Corrija las lecturas de los termómetros reversibles respecto a los cambios debidos a diferencias entre las temperaturas en reversión y temperatura en el momento de la lectura. Calcúlese del modo siguiente:

$$\Delta T = \left[\frac{(T^1 - t)(T^1 + V_0)}{K} \right] * \left[1 + \frac{(T^1 - t)(T^1 + V_0)}{K} \right] + L$$

Dónde:

$\square T$ = corrección para sumar algebraicamente a la lectura no corregida.

T^1 = lectura no corregida en la reversión.

t = temperatura a la que se lee el termómetro.

V_0 = volumen de la ampolla final del capilar hasta graduación de 0°C

K = constante que depende de la expansión térmica relativa del mercurio y el vidrio (valor usual de $K=6.100$).

L = Corrección del calibrado del termómetro dependiendo del T^1 .

Si de efectúa observaciones seriadas, es conveniente preparar gráficas termométricas, para obtener $\square T$ en función de los valores de T^1 y t .

Bibliografía

\square Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de la Temperatura, Método 2550 B.

3. POTENCIAL DE HIDROGENO pH

1. Principio.

La medida del pH es una de las pruebas más importantes y frecuentes utilizadas en el análisis químico del agua. Prácticamente todas las fases del tratamiento del agua para el suministro y residual, como la neutralización ácido-base, suavizado, precipitación, coagulación, desinfección y control de la corrosión, dependen del pH. El pH se utiliza en las determinaciones de alcalinidad y dióxido de carbono y en muchos otros equilibrios ácido-base. A una temperatura determinada, intensidad del carácter ácido o básico de una solución viene dada por la actividad del ión hidrógeno o pH. La alcalinidad y acidez son las capacidades neutralizantes de ácido y base de un agua, y normalmente se expresa como miligramos de CaCO_3 por litro. La capacidad tampón es la cantidad de ácido o base fuerte, normalmente expresada en moles por litro, necesaria para cambiar el valor del pH de un litro de muestra en una unidad. Sorenson definió el pH como el $-\log[\text{H}^+]$; es el factor de "intensidad" o acidez. El agua pura está muy poco ionizada y en el equilibrio el producto iónico es:

$$\begin{aligned} [\text{H}^+][\text{OH}^-] &= K_w \\ &= 1,01 \times 10^{-14} \text{ a } 25^\circ\text{C} \end{aligned} \quad (1)$$

y

$$\begin{aligned} [\text{H}^+] &= [\text{OH}^-] \\ &= 1,005 \times 10^{-7} \end{aligned}$$

Dónde:

$[\text{H}^+]$ = actividad de iones hidrógeno, moles/l.
 $[\text{OH}^-]$ = actividad de iones hidroxilo, moles/l.
 K_w = Producto iónico del agua.

Debido a las interacciones en todas las soluciones, excepto en las muy diluidas, es necesario utilizar la "actividad" de un ión y no su concentración molar. El uso del término pH supone que se está considerando la actividad del ión hidrógeno, a_{H^+} . La equivalencia aproximada con la molaridad, $[\text{H}^+]$, sólo se puede presumir en soluciones muy diluidas (fuerza iónica $<0,1$).

Para expresar una amplia gama de actividades iónicas es conveniente una escala logarítmica. La ecuación uno en forma logarítmica y corregida para reflejar la actividad es:

$$\begin{aligned} & (-\log_{10} a_{H^+}) + (-\log_{10} a_{OH^-}) = 14 & (2) \\ \text{O} & \\ & \text{pH} + \text{pOH} = \text{p}K_w \end{aligned}$$

Dónde:

$$\text{pH} = -\log_{10} a_{H^+}$$

$$\text{pOH} = -\log_{10} a_{OH^-}$$

(p designa $-\log_{10}$ de un número)

Según la ecuación 2, al aumentar el pH disminuye el pOH en la misma proporción y viceversa, porque $\text{p}K_w$ es constante para una temperatura determinada. A 25°C, un pH 7,0 es neutro, las actividades de los iones hidrógeno e hidroxilo son iguales y cada una corresponde a una actividad aproximada de 10^{-7} moles/l. El punto neutro depende de la temperatura y es pH 7,5 a 0°C y pH 6,5 a 60 °C.

El valor del pH de una solución muy diluida es aproximadamente el mismo que el logaritmo común negativo de la concentración de ión hidrógeno. Las aguas naturales tienen normalmente valores de pH de 4 a 9, y la mayoría son ligeramente básicas debido a la presencia de bicarbonatos y carbonatos de los metales alcalinos y alcalinotérreos.

MÉTODO ELECTROMÉTRICO

1. Discusión general.

a. Principio: el principio básico de la determinación electrométrica del pH es la medida de la actividad de los iones hidrogeno por mediciones potencio métricas utilizando un electrodo patrón de hidrogeno y otro de referencia. El electrodo de hidrógeno consiste en un electrodo de platino por el que se pasan burbujas de hidrogeno gaseoso a una presión de 101 kPa. Debido a la dificultad de utilizarlo y al potencial de intoxicación del electrodo de hidrogeno, se utiliza comúnmente el electrodo de vidrio. La fuerza electromotriz (fem) producida en el sistema de electrodo de vidrio varía linealmente con el pH y esta relación lineal se describe comparando la (fem) medida con el pH de diferentes tampones. El pH de la muestra se determina por extrapolación.

Dado que no se puede medir las actividades iónicas aisladas, como a_{H^+} , el pH se define operacionalmente o en una escala potenciométrica. El instrumento para medir el pH se calibra potenciométricamente con un electrodo indicador (vidrio) y uno de referencia, utilizando los tampones del National Institute of Standards and Technology (NIST) de estados unidos, que tienen valores asignados de forma que:

$$\text{pH}_B = -\log_{10} a_{\text{H}^+}$$

Dónde: $\text{pH}_B = \text{pH}$ asignado al tampón NIST

La escala operativa del pH se utiliza para medir el pH de la muestra y se define como:

$$\text{pH}_x = \text{pH}_B + \frac{F(E_x - E_s)}{2.303 RT}$$

Dónde:

$\text{pH}_x = \text{pH}$ de la muestra medido potenciométricamente.

F= Faraday: 9.649×10^4 culombios/mol

E_x = muestra fem, V,

E_s = tampón fem, V,

R= constante de gas; 8.314 julio/(mol $^\circ$ K)

T= temperatura absoluta, $^\circ$ K

Nota: Aunque la ecuación para pH_x aparece en la literatura con un signo más, el signo de las lecturas de (fem) en milivoltios para la mayoría de los medidores de pH fabricados en Estados Unidos es negativo. La elección del signo negativo se realiza conforme a la convención de la IUPAC en Estocolmo relativa al signo del potencial de los electrodos.

La escala de actividad da valores 0.04 unidades más elevadas que las de la escala de Sorenson:

$$\text{pH (actividad)} = \text{pH(Sorenson)} + 0.04$$

La ecuación para pH_x supone que la fem de las células que contiene la muestra y el tampón se debe únicamente a la actividad del hidrógeno no afectada por la composición de la muestra. En la práctica las muestras tendrán especies y fuerzas iónicas variables, que afectarán a la actividad de H^+ , lo que impone

una limitación experimental a la medida del pH; por ello, para obtener resultados significativos, la diferencia entre E_x y E_s debe ser mínima. Las muestras deben ser soluciones acuosas diluidas o solutos simples ($<0.2M$). (Selecciónese tampones que protejan a la muestra). No se puede determinar el pH con exactitud en medios no acuosos, suspensiones, coloides o soluciones de gran fuerza iónica.

- b. Interferencias: El electrodo de vidrio está relativamente libre de interferencias debidas al color, turbidez, materia coloidal, oxidantes, reductores o salinidad elevada, excepto para un error de sodio a $pH > 10$. Redúzcase este error utilizando electrodos especiales con “bajo error de sodio”.

La temperatura afecta a la medida del pH de dos formas: efectos mecánicos producidos por cambios en las propiedades de los electrodos y efectos químicos causados por cambios de equilibrio. En el primer caso, la pendiente Nernstian aumenta al hacerlo la temperatura, y en los electrodos necesitan tiempo para conseguir el equilibrio térmico, lo que puede producir un desplazamiento prolongado del pH. Dado que el equilibrio químico afecta al pH, los tampones patrón de pH tienen un pH específico a las temperaturas indicadas.

Se debe indicar siempre a qué temperatura se ha medido el pH.

2. Instrumental

- Medidor de pH que conste de un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un dispositivo para compensar la temperatura. El circuito se completa a través del potenciómetro cuando los electrodos se sumergen en la solución test. Muchos medidores de pH son capaces de medir pH o milivoltios y algunos tienen una expansión de escala que permiten lecturas de hasta 0.001 unidades de pH, pero la mayoría de instrumentos no son tan precisos.

Para trabajos de rutina utilícese un medidor de pH exacto y reproducible hasta 0.1 unidades de pH con una escala de 0 a 14, y dotado de un ajuste compensador de la temperatura.

Aunque los fabricantes proporcionan instrucciones de trabajo, los términos descriptivos pueden ser confusos. En la mayoría de los instrumentos existen dos controles: intersección (ajuste del tampón, asimétrica, estandarizar) y pendiente (temperatura,

compensación). El control de intercepción desvía lateralmente la curva de respuesta, que atraviesa el punto isopotencial sin cambio en la pendiente. Así se puede llevar el aparato a la escala (0mV) con un tampón de pH 7 que no tiene cambio de potencial con la temperatura.

El control de pendiente hace rotar la pendiente fem/pH alrededor del punto isopotencial (0mV/pH). Para ajustar la pendiente para la temperatura, sin alterar la intercepción, selecciónese un tampón que proteja la muestra con tampón pH 7 y ajústese el control de pendiente al pH de este tampón. El aparato indicará el cambio correcto de milivoltios por unidad de pH a la temperatura de la prueba.

- Electrodo de referencia consistente en media pila que suministra un potencial constante de electrodo. Normalmente se utiliza calomelanos y plata: electrodos de plata-cloruro. Cualquiera de ellos se encuentra con varios tipos de conexiones líquidas.

La conexión líquida del electrodo de referencia es crítica porque en este punto el electrodo forma un puente de sal con la muestra o tampón y se genera un potencial de conexión líquida que afecta, a su vez, al potencial producido por el electrodo de referencia. Las conexiones del electrodo referencia pueden ser de cerámica anular, cuarzo o fibra de amianto, o de tipo de manguito. El tipo más utilizado es la conexión de cuarzo. La fibra de amianto no es recomendable para soluciones fuertes básicas. Sígase las instrucciones del fabricante para uso y mantenimiento del electrodo de referencia. Rellénense los electrodos no sellados con el electrolito correcto hasta el nivel adecuado y asegúrese que la conexión se ha humedecido correctamente.

- Electrodo de vidrio: el electrodo del sensor es un bulbo de vidrio especial que contiene una concentración fija de HCl o una solución tamponada de cloruro en contacto con el electrodo interno de referencia. Al sumergir un nuevo electrodo en una solución, la superficie exterior del bulbo se hidrata e intercambia iones sodio por iones hidrógeno para formar una capa superficial de iones hidrógeno. Ésta, junto con la repulsión de aniones por puntos fijos de silicato, cargados negativamente, producen un potencial en la interfase de vidrio-solución, que está en función de la actividad del ión hidrógeno en solución.

Existen varios tipos de electrodos de vidrio. Los electrodos de combinación incorporan en una única sonda los electrodos de vidrio y de referencia. Utilícese un electrodo con “bajo error de



sodio" que pueda funcionar a temperaturas elevadas, para medir un pH superior a 10, porque los electrodos de vidrio estándar dan valores bajos erróneos. Para medir un pH inferior a 1, los electrodos de vidrio dan valores erróneamente elevados; utilícese en lugar electrodos de membrana líquida.

- Vaso de precipitado: son preferibles los de polietileno o TFE.
- Agitador: Utilícese un agitador magnético, con barrita recubierta de TFE, o uno mecánico con impulsor inerte recubierto de plástico.
- Cámara de flujo: Utilícese para determinaciones de flujo continuo o para soluciones mal tamponadas.

3. Reactivos

- a. Preparación general: calíbrese el sistema de electrodos frente a soluciones tampón estándar o con pH conocido. Dado que las soluciones tampón se pueden deteriorar como consecuencia del crecimiento de hongos o por contaminación, prepárese reciente a medida que se necesiten para un trabajo más preciso, pesando las cantidades de productos químicos que se especifican en la tabla 1, disolviéndolas en agua destilada a 25 °C y diluyendo a un litro. Esto es especialmente importante para los tampones borato y carbonato.

Hiérvese y enfríese el agua destilada que tenga una conductividad inferior a 2 $\mu\text{ohms/cm}$. A 50 ml, añádase 1 gota de solución saturada de KCl adecuada para el uso de electrodos de referencia. Si el pH de esta solución test estuviera entre 6.0 y 7.0, utilícese para preparar todas las soluciones patrón.

Séquese KH_2PO_4 de 110 a 130 °C durante 2 horas antes de pesarlo, pero sin calentar el tetraoxalato de potasio hidratado, inestable, por encima de 60°C, ni secar las otras sales especificadas para tampones.

Aunque los productos químicos de calidad ACS suelen ser satisfactorios para preparar soluciones tampón, cuando se requiera mayor precisión se deben utilizar productos certificados, suministrados por National Institute of Standards and Technology. Para análisis de rutina, úsese las pastillas para tampones, polvos o soluciones existentes en el comercio de calidad comprobada. Al preparar soluciones tampón a partir de sales sólidas, verifíquese disolución completa.

Como norma, selecciónese y prepárese las soluciones tampón clasificadas como patrones primarios en la tabla 1; resérvese los patrones secundarios para situaciones extremas, encontradas en las medidas de aguas residuales. Consúltese en la tabla 2 el pH aceptado par soluciones tampón patrón a temperaturas distintas de 25°C. En el trabajo rutinario, las soluciones tampón y las muestras deben conservarse en frascos de polietileno. Renuévense las soluciones tampón cada 4 semanas.

Tabla 2. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES PATRÓN DE pH

Solución Patrón (molalidad)		pH a 25°C	Peso necesario de producto químico/1000ml de solución acuosa a 25°C
Patrones Primarios:	Tartrato ácido de potasio (saturado a 25°C)	3.557	>7g $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ *
	Citrato diácido de potasio 0.05	3.776	11.41g $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
	Ftalato ácido de potasio 0.05	4.004	10.12g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$
	Fosfato ácido de potasio 0.05+ fosfato ácido disódico 0.025	6.863	3.387g KH_2PO_4 + 3.533g Na_2HPO_4 “
	Fosfato diácido de potasio 0.008695+ fosfato ácido disódico 0.03043	7.415	1.179g KH_2PO_4 + 4.303g Na_2HPO_4 “
	Borato de sodio decahidrato (bórax) 0.01	9.183	3.80g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ “
	Bicarbonato de sodio 0.025 + carbonato de sodio 0.025	10.014	2.092g NaHCO_3 + 2.640g Na_2CO_3
Patrones secundarios	Tetraoxalato de potasio dihidrato 0.05	1.679	12.61g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
	Hidróxido de calcio (saturado a 25 °C)	12.454	>2g $\text{Ca}(\text{OH})_2$ *

*Solubilidad aproximada:

“Preparar con agua destilada recién hervida y enfriada (exenta de dióxido de carbono)”.



- b. Solución de tartrato ácido de potasio: Agítese enérgicamente un exceso (5 a 10 g) de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ finamente cristalizado, con 100 a 300 ml de agua destilada a 25°C en un frasco con tapón de vidrio. Sepárese la solución transparente del material no disuelto por decantación o filtración. Consérvese durante 2 meses o más, añadiendo un cristal de timol (8mm diámetro) por cada 200 ml de solución.
- c. Solución saturada de hidróxido de calcio: Calcínese CaCO_3 de tipo bajo en álcali, bien lavado, en una capsula de platino, por ignición durante una hora a 1000 °C. Enfríese, hidrátese por adición lenta de agua destilada, con agitación y caliéntese a ebullición. Enfríese, hidrátese por adición lenta de agua destilada, con agitación, y caliéntese a ebullición. Enfríese, fíltrese y recójase Ca(OH)_2 sólido en un filtro de vidrio sinterizado de porosidad media. Séquese a 110°C, enfríese y pulverícese hasta gránulos finos uniformes. Agítese enérgicamente un exceso de gránulos finos con agua destilada en un frasco de polietileno con tapón. Déjese que la temperatura llegue a 25°C tras la mezcla. Fíltrese el sobrenadante bajo succión, a través de un filtro de vidrio sinterizado de porosidad media y utilícese el filtrado como solución tampón. Deséchese la solución tampón cuando el CO_2 atmosférico produzca turbidez.
- d. Soluciones auxiliares: NaOH 0,1N, HCl 0,1N, HCl 5N (dilúyase 5 volúmenes de HCl 6N con un volumen de agua destilada), y solución de fluoruro ácido de potasio (disuélvase 2g de KF en 2 ml de H_2SO_4 conc. y dilúyase a 100 ml con agua destilada).

4. Procedimiento

- a. Calibrado del aparato: Síganse las instrucciones del fabricante, en cada caso, para el medidor de pH y para conservación y preparación de los electrodos para su uso. Las soluciones recomendadas para conservación de los electrodos a corto plazo varían con el tipo de electrodo y el fabricante, pero generalmente tiene una conductividad superior a 4000 $\mu\text{ohmios/cm}$. El agua del grifo es mejor sustituto que la destilada, pero lo mejor para el electrodo simple de vidrio es tampón de pH 4, y es preferible KCl saturado para un electrodo de referencia de calomelanos y Ag/AgCl. La solución preferida para un electrodo combinado es

KCl saturado. Manténgase los electrodos húmedos, devolviéndolos a la solución para almacenado siempre que no se utilice el medidor de pH.

Antes de su uso, extráigase los electrodos de la solución de conservación, lávense y séquense con un paño suave, colóquese en la solución tampón inicial y ajústese el punto de isopotencial. Selecciónese un segundo tampón cuyo pH no se diferencie en más de 2 unidades del de la muestra y llévase la muestra y el patrón a la misma temperatura que puede ser la de la habitación, una fija (por ejemplo, 25 °C), o la de una muestra reciente. Sáquese los electrodos del primer tampón, lávense bien con agua destilada, séquense y sumérjense en el segundo tampón. Regístrese la temperatura medida y ajústese el mando de temperatura de forma que el aparato indique el valor de pH del tampón a la temperatura de la prueba (éste es un ajuste dependiente).

Utilice el valor de las tablas para el tampón usado a la temperatura de la prueba. Sáquese los electrodos del segundo tampón, lávense bien con agua destilada y séquense los electrodos como se indicó antes. Sumérjense en un tercer tampón por debajo de un pH 10, aproximadamente 3 unidades distinto del segundo; la lectura no debe diferir más de 0.1 unidad del pH del tercer tampón. Si el aparato muestra una respuesta distinta en más de 0.1 unidad del pH esperado, compruébese si los electrodos o el potenciómetro tienen problemas (apartado 5 a y b).

El objetivo de la estandarización consiste en ajustar la respuesta del electrodo de vidrio al aparato. Cuando solo se realicen determinaciones ocasionales del pH, se estandarizará el aparato antes de cada una de ellas. Cuando sea frecuente y el aparato sea estable, estandarice menos a menudo. Si el pH de la muestra varía mucho, estandarice cada muestra con un tampón cuyo pH no difiera más de una o dos unidades del de la muestra.

- b. Análisis de la muestra: Establézcase el equilibrio entre electrodos y muestra agitando ésta para asegurar su homogeneidad; la agitación será suave para reducir al mínimo el arrastre de dióxido de carbono. Para muestras tamponadas o con gran fuerza iónica, acondiciónese los electrodos después de limpiarlos, introduciéndolos en la muestra durante 1 minuto. Séquese y

sumérgase en otra porción nueva de la misma muestra, y léase el pH.

Con soluciones diluidas, mal tamponadas, equilibre los electrodos por inmersión en tres o cuatro porciones sucesivas de la muestra. Tómese una muestra nueva para medir pH.

5. Detección de problemas

- a. Potenciómetro: para detectar el origen de un problema, desconéctese los electrodos y conéctese, por medio de una correa de corto circuito, la terminal del electrodo de referencia a la del vidrio. Obsérvese el cambio de pH cuando se ajusta el mando de calibrado del aparato. Si el potenciómetro funciona correctamente, responderá de forma rápida y uniforme a los cambios de calibrado del aparato. Si el potenciómetro funciona correctamente, responderá de forma rápida y uniforme a los cambios de calibrado en una zona amplia de la escala. Si falla, no responderá de modo errático o mostrará un cambio en el ajuste. Pásese a la escala de milivoltios sobre la cual la aguja debe señalar cero. No tratar de reparar el potenciómetro si se carece de experiencia, limitándose al mantenimiento descrito en el manual del aparato.

- b. Electrodos: si el potenciómetro funciona correctamente, búsquese el fallo en el par de electrodos, sustituya unos cada vez, y compruébese de forma cruzada con dos tampones que se diferencien en 4 unidades de pH aproximadamente. Una desviación por encima de 0.1 unidades de pH indica un electrodo defectuoso. Los electrodos de vidrio fallan por arañazos, deterioro o cúmulos de restos sobre la superficie del vidrio. Remuévase le electrodo por inmersiones alternativas de HCl 0.1N y NaOH 0.1 N. si esto falla, sumérgase la punta en solución de KF durante 30 segundos. Tras renovarlos, déjense sumergidos una noche en tampón de pH 7,0. Lávense y consérvase en tampón de pH 7,0. Lávense de nuevo con agua destilada, antes de utilizarlos. Las capas de proteína se pueden eliminar mojando los electrodos de vidrio con solución de pepsina al 10%, ajustada a pH 1 a 2.

Para comprobar el electrodo de referencia, enfréntese la (fem) de un electrodo de referencia dudoso, con otro del mismo tipo que sepa que funcione bien. Usando un adaptador, conéctese el electrodo de referencia bueno a la clavija del electrodo de vidrio

del potenciómetro, y el dudoso a la clavija del electrodo de regencia. Ajústese el aparato par que lea milivoltios y realícense lecturas con los dos electrodos sumergidos en la misma solución de electrolito (KCl) y luego en la misma solución tampón. Las lecturas en milivoltios deben ser 0 ± 5 mV para ambas soluciones. Como plata: plata-cloruro frente a calomelanos o viceversa, la lectura será 44 ± 5 mV para un buen electrodo de referencia.

Los problemas del electrodo de referencia suelen deberse a una conexión obstruida. La interrupción del flujo continuo de electrolito a través de la junta produce un aumento del tiempo de respuesta y desviaciones en la lectura. Las juntas obstruidas se limpian aplicando succión a las puntas o hirviendo ésta en agua destilada hasta que el electrolito fluya libremente al aplicar la succión en la punta o presión en el orificio de llenado. En el comercio existen juntas de repuesto.

6. Precisión y sesgo

Utilizando bien un medidor de pH con buenos electrodos, se puede conseguir una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una precisión de ± 0.05 unidades de pH. Sin embargo, en condiciones normales, el límite de precisión es ± 0.1 unidades de pH, especialmente para determinaciones en el agua y soluciones mal tamponadas. Por esa razón el pH se debe dar en los valores más próximos a 0.1 unidades de pH. Se analizó en 30 laboratorios una muestra sintética de solución tampón Clark y Lubs de pH 7.3, electrométricamente, con una desviación estándar de ± 0.13 unidades de pH.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Valor de pH, Método 4500-H⁺ B.

4. CONDUCTIVIDAD

1. Discusión general.

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones y de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de la medición. Las soluciones de la mayoría de los ácidos, bases y sales presentan coeficientes de conductividad relativamente adecuados. A la inversa, las moléculas de los compuestos orgánicos que no se disocian en soluciones acuosas tienen una conductividad muy escasa o nula.

La medición física practicada en el laboratorio suele ser de resistencia, medida en ohmios o megaohmios. La resistencia de un conductor es inversamente proporcional a su área de sección transversal y directamente proporcional a su longitud. La magnitud de la resistencia medida en una solución acuosa depende, de la característica de las célula de conductividad utilizada, y solo tiene sentido si se conocen estas características. La resistencia específica es la resistencia de un cubo de 1 cm de lado. En soluciones acuosas, esta medida es rara debido a las dificultades de fabricación de lo electrodo. Los electrodos prácticos miden una fracción dada de la resistencia específica, siendo esta fracción la constante celular C:

$$C = \frac{\text{Resistencia medida } , R_m}{\text{Resistencia específica } , R_s}$$

El recíproco de la resistencia es la conductancia, que mide la capacidad para conducir una corriente y se expresa en ohmios recíprocos de mhos. En los análisis de agua es más conveniente la unidad micromhos. Cuando se conoce y se aplica la constante celular, la conductancia medida se convierte en conductancia específica o conductividad, K_s , recíproca de la resistencia específica.

$$K_s = \frac{1}{R_s} = \frac{C}{R_m}$$

Se prefiere el término "conductividad", y por lo general se expresa en micromhos por centímetro ($\mu\text{mhos/cm}$). En el sistema internacional de Unidades (SIU), el recíproco del ohmio es el Siemens (S) y la

conductividad se expresa en milisiemens por metro (mS/m); $1 \text{ mS/m} = 10 \mu\text{mhos/cm}$. Para expresar resultados en unidades SIU, divídase $\mu\text{mhos/cm}$ por 10.

El agua destilada tiene recién preparada una conductividad de 0,5 a $2 \mu\text{mhos/cm}$, que aumenta tras una semana de almacenamiento a $2-4 \mu\text{mhos/cm}$. Este aumento está producido fundamentalmente por absorción de dióxido de carbono y, en menor grado, de amoníaco.

La conductividad de las aguas potables en los Estados Unidos oscilan generalmente entre 50 y $1500 \mu\text{mhos/cm}$. La conductividad de las aguas residuales domésticas puede estar próxima a la del suministro hídrico local, aunque algunos residuos industriales exhiben conductividades superiores a $10.000 \mu\text{mhos/cm}$. En sistemas de conducción, canales, corrientes fluviales y lagos, se utilizan instrumentos de medición de la conductividad, los cuales pueden incorporarse a instalaciones de monitorización multiparamétrica con registradores.

La medición de la conductividad en laboratorio es relativamente exacta, pero otros medios de determinación menos precisos encuentran numerosas aplicaciones, como son el marcaje del agotamiento de resinas de intercambio iónico y la determinación rápida de cambios significativos en el contenido inorgánico de las aguas potables y residuales. Bien instalados y mantenidos, los dispositivos de monitorización pueden proporcionar registros continuos de conductividad. La mayoría d los problemas que plantea la obtención de registros adecuados con equipos de monitorización radica en la suciedad del electrodo y en la circulación insuficiente de la muestra.

Las mediciones de conductividad en laboratorio se utiliza para:

- a. Establecer el grado de mineralización para determinar el efecto de la concentración total de iones sobre equilibrios químicos, efectos fisiológicos en plantas y animales, tasas de corrosión etcétera.
- b. Determinar el grado de mineralización del agua destilada y desionizada.
- c. Evaluar las variaciones de la concentración de minerales disueltos en aguas naturales y residuales. La variación estacional mínima que se encuentra en las aguas embalsadas contrasta notablemente con las fluctuaciones diarias de algunas aguas

- de ríos contaminadas. Las aguas residuales que contienen cantidades significativas de desechos industriales muestran también una variación diaria considerable.
- d. Valorar el tamaño de la muestra que se vaya a utilizar para determinaciones químicas comunes y para investigar los resultados de un análisis químico.
 - e. Determinar la cantidad de reactivo iónico necesario en algunas reacciones de precipitación y neutralización, señalándose el punto final por un cambio en la inclinación de la curva como consecuencia del punteo de la conductividad sobre las lecturas de bureta.
 - f. Calcular los sólidos totales disueltos en una muestra multiplicando la conductividad ($\mu\text{mhos/cm}$) por un factor empírico; éste puede variar de 0,55 a 0,9 dependiendo de los componentes solubles del agua y de la temperatura de medición. Para aguas salinas o de caldera pueden requerirse factores relativamente altos, mientras que, si existen cantidades considerables de hidróxido o de ácido libre, se necesitarán factores más bajos. Aunque la evaporación de la muestra produce un cambio de bicarbonato a carbonato, el factor empírico se calcula, para un aporte de agua relativamente constante, dividiendo los sólidos disueltos por la conductividad. Los miliequivalentes por litro, tanto de cationes como de aniones en algunas aguas, se evalúa aproximadamente multiplicando la conductividad (en $\mu\text{mhos/cm}$) por 0.01.

La conductividad electrónica (a diferencia de la metálica) aumenta con la temperatura a un índice de 1,9 por $100/^\circ\text{C}$ aproximadamente. De una medición inexacta de la temperatura puede derivarse errores significativos. Las soluciones de KCl tienen un coeficiente de conductividad a temperatura más baja que el agua potable común y, por su parte, del NaCl posee un coeficiente que se aproxima mucho al encontrado en la mayoría de las aguas de pozo y de superficie. Nótese que cada ión tiene un coeficiente de temperatura distinto; así pues, un trabajo meticulado requiere la determinación de la conductividad a 25°C . El hecho que la corrección de la temperatura, una parte en 500 para $25 \rho 0.1^\circ\text{C}$, alcance resultados significativos depende del equipo disponible y de la precisión deseada.

METODO DE LABORATORIO

2. Instrumental.

- a. Instrumental de conductividad autocontenida: Utilícese un dispositivo consistente en una fuente de corriente alterna, un puente de Wheatstone, un indicador de valor nulo y una célula de conductividad u otro instrumento que mida el índice de corriente alterna y su voltaje a través de la célula, teniendo éste último la ventaja de proporcionar una lectura lineal de la conductividad. Elijase un instrumento capaz de medir la conductividad con un error que no exceda el 1% $\mu\text{mho/cm}$.
- b. Termómetro: Capaz de marcar hasta 0.1 °C cubriendo una amplitud de 23 a 27 °C. por la rapidez de su respuesta, resulta conveniente utilizar un termómetro eléctrico provisto de un pequeño sensor de temperatura.
- c. Célula de conductividad.
 - 1) Tipo electrodo de platino. Este tipo de célula se presenta en forma de pipeta o de inmersión. La elección de la célula depende de la amplitud esperada de conductividad y de la amplitud de resistencia del instrumento. Ajustese experimentalmente la amplitud del conjunto total de aparatos, comparando los resultados instrumentales con las conductividades reales de las soluciones de KCl enumeradas en la tabla 3. Límpiense las células nuevas con una mezcla ácida crómico-sulfúrica y platinícense los electrodos antes de su uso. A continuación se lavan y se platinizan de nuevo, siempre que las lecturas sean irregulares, cuando no pueda obtenerse un punto final neto a cuando la inspección muestre que se han desprendido capas de negro de platino. Para platinizar, prepárese una solución de 1g de ácido cloroplatínico, $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, y 12 mg de acetato de plomo en 100 ml de agua destilada. Una solución más fuerte reduce el tiempo requerido para la platinización, por lo que puede emplearse cuando el tiempo es un factor decisivo, por ejemplo, cuando la constante celular es de 1.0/cm o más. Sumérgase los electrodos en una solución y conéctese ambos al polo negativo de una pila de 1.5 V. conéctese el polo positivo en un trozo de alambre de platino e introdúzcase en la solución. Utilícese una corriente que sólo desprenda una pequeña cantidad de gas. Continuar la electrólisis hasta que ambos electrodos se recubran con negro de platino. Consérvese la solución para uso ulterior. Enjuagar

cuidadosamente los electrodos y, no se usen, mantenerlos inmersos en agua destilada.

Tabla 3. CONDUCTIVIDAD DE LAS SOLUCIONES DE CLORURO DE POTASIO A 25°C

Concentración M	Conductividad equivalente mho/cm/equi.	Conductividad μ mhos/cm
0	149,85	
0,0001	149,43	14,94
0,0005	147,81	73,90
0,001	146,95	147,00
0,005	143,55	717,80
0,01	141,27	1.413,00
0,02	138,34	2.767,00
0,05	133,37	6.668,00
0,1	128,96	12.900,00
0,2	124,08	24.820,00
0,5	117,27	58.640,00
1	111,87	111.900,00

2) Tipo electrodo no de platino. Utilícense células de conductividad con electrodos hechos de metales comunes duraderos (acero inoxidable entre otros) para monitorización continua y estudios de campo. Calíbrese estas células mediante comparación de la conductividad de la muestra con los resultados obtenidos con un instrumento de laboratorio. Para reducir al mínimo los errores de la constante celular, utilícense una célula y un aparato adecuadamente diseñados y homologados

3. Reactivos.

- a. Agua de conductividad: Se hace pasar agua destilada a través de un desionizador, descartándose el primer litro. La conductividad debe ser menor de 1 μ mhos/cm.
- b. Solución estándar de cloruro de potasio, KCl, 0,01M: Disuélvase 745,6 mg de KCl anhidro en agua de conductividad, diluyendo hasta 1000 ml a 25°C. Ésta es la solución de referencia estándar, que a 25°C tiene una conductividad de 1.413 μ mhos/cm). Resulta satisfactoria para la mayoría de las muestras cuando la célula tiene

una constante de 1 a 2. Para otras constantes celulares, utilícense las soluciones más fuertes o más débiles enumeradas en la tabla 2. Consérvese en frascos de vidrio borosilicato con tapón de vidrio.

4. Procedimiento.

- a. Determinación de la constante de la célula: Aclárese la célula de conductividad al menos con tres porciones de solución de KCl 0,01M. Ajústese la temperatura a la cuarta porción a $25.0 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$, mídase su resistencia y anótese el valor térmico. Calcúlese la constante celular C.

$$\text{Constante celular; } C = (0,001 \ 413)(R_{\text{KCl}})[1+0,0191 (t - 25)]$$

Dónde:

R_{KCl} = Resistencia medida, ohmios.

t = Temperatura observada, $^{\circ}\text{C}$.

- b. Medición de la conductividad: Aclárese la célula con una o más porciones de la muestra. Ajústese la temperatura de una última porción a $25.0 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$. Mídase la resistencia o conductividad de la muestra y anótese la temperatura.

5. Cálculos

El coeficiente de temperatura de la mayoría de las aguas es el mismo aproximadamente que el de la solución estándar de KCl; cuando más se desvía la temperatura de 25°C , mayor es la incertidumbre en la aplicación de la corrección de la misma. Comuníquese todas las conductividades a 25.0°C .

- a. cuando se mide la resistencia de la muestra, conductividad a 25°C es:

$$K = \frac{(1.000.000)(C)}{R_m [1+0,0191(t - 25)]}$$

Dónde:

K = Conductividad, μ mhos/cm

C = Constante de la célula, cm^{-1}

t = Temperatura observada, $^{\circ}\text{C}$.

R_m = Resistencia medida de la célula, ohmios.

t = Temperatura de medición.

b. Cuando se mide la conductividad de la muestra, dicha conductividad a 25°C es:

$$K = \frac{(K_m) * (1.000.000)(C)}{1 + 0,0191(t - 25)}$$

Dónde:

K_m = Conductividad medida, mhos a t°C

C = Constante de la célula, cm⁻¹

t = Temperatura de medición.

Nota: Si la lectura de conductividad se hace en µmhos/cm, suprimase el factor 1.000.000 en el numerador.

c. Para instrumentos que den sus valores en unidades del SIU

$$1 \text{ mS/m} = 10 \text{ µmhos/cm}$$

$$1 \text{ µmhos/cm} = 0,1 \text{ mS/m}$$

6. Precisión y sesgo

Se sometieron a pruebas tres muestras sintéticas, con los siguientes resultados:

Conductividad mhos/cm	Nº de resultados	Desviación estándar relativa %	Error relativo
147.0	117	8.6	9.4
303.0	120	7.8	1.9
228.0	120	8.4	3.0

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985. Determinación del Valor de la conductividad, Método 2510 B.

5. SÓLIDOS

Los términos “sólidos”, “suspendidos” y “disueltos”, como se utilizarán de ahora en adelante, reemplazan a los vocablos “residuos”, “no filtrantes” y “filtrante”. Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en agua limpia y agua residual. Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o a su suministro de diferentes maneras. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de inferior palatabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor ocasional. Por estas razones, para las aguas potables es deseable un límite de 500 mg/l de sólidos disueltos. Las aguas altamente mineralizadas tampoco son adecuadas para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias para bañarse. Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertido.

1. Definiciones

“Sólidos totales” es la expresión que se aplica a los residuos de material que queda en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los “sólidos totales suspendidos”, o porción de sólidos totales retenida por un filtro, y los “sólidos disueltos totales” o porción que atraviesa el filtro.

El tipo de soporte del filtro, el tamaño del poro, la porosidad, el área y el espesor del filtro, así como la naturaleza física y el tamaño de las partículas y la cantidad de material depositado en el filtro son los factores principales que afectan a la separación de los sólidos suspendidos y los disueltos.

“Sólidos Fijados” es la expresión aplicada al residuo de sólidos totales, suspendidos o disueltos después de someterse a ignición durante un tiempo determinado y a una temperatura especificada. La pérdida de peso por ignición se debe a los “Sólidos Volátiles”. Las determinaciones de sólidos fijados y volátiles no distinguen exactamente entre materias orgánica e inorgánica porque la pérdida de peso por ignición no se limita al material orgánico, sino que incluye pérdida por descomposición o volatilización de algunas sales

minerales. Una óptima caracterización de materia orgánica puede llevarse a cabo mediante pruebas como la del carbono orgánico total y COD.

“Líquidos Sedimentables” es la expresión aplicada al material que se desprende de la suspensión de un periodo determinado. Puede incluir material flotable, dependiendo de la técnica.

2. Fuentes de error y variabilidad

La temperatura a la que se seca el residuo incide en gran medida en los resultados, debido a que la pérdida de peso derivada de la volatilización de la materia orgánica, el agua ocluida, el agua de cristalización y los gases a partir de la descomposición inducida por el calor, así como las ganancias producidas por la oxidación, dependen de la temperatura y tiempo de calentamiento.

Los residuos secados a 103-105 °C pueden tener no solamente agua de cristalización, sino también agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato en carbonato, habrá una pérdida de CO₂. La pérdida de materia orgánica por volatilización será por lo general muy ligera. Dado que la eliminación de agua ocluida es marginal a esta temperatura, la obtención de peso constante puede ser muy baja.

Los residuos secados a 180 ± 2 °C perderán casi toda el agua ocluida. Puede permanecer un poco de aguas de cristalización, especialmente cuando hay sulfatos. La materia orgánica puede perderse por volatilización, pero no desaparecer por completo. La conversión de bicarbonatos en carbonatos produce la pérdida de CO₂, y los carbonatos pueden descomponerse en óxidos o sales básicas. Pueden perderse algunos cloruros y sales nitradas. En general, la evaporación y el secado de muestras a 180°C proporciona valores sobre sólidos disueltos que están más próximos a los obtenidos mediante suma de las especies minerales determinadas individualmente que a los valores de los sólidos disueltos, logrados mediante secado a la temperatura más baja.

Los resultados para residuos ricos en aceite y grasa pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable.

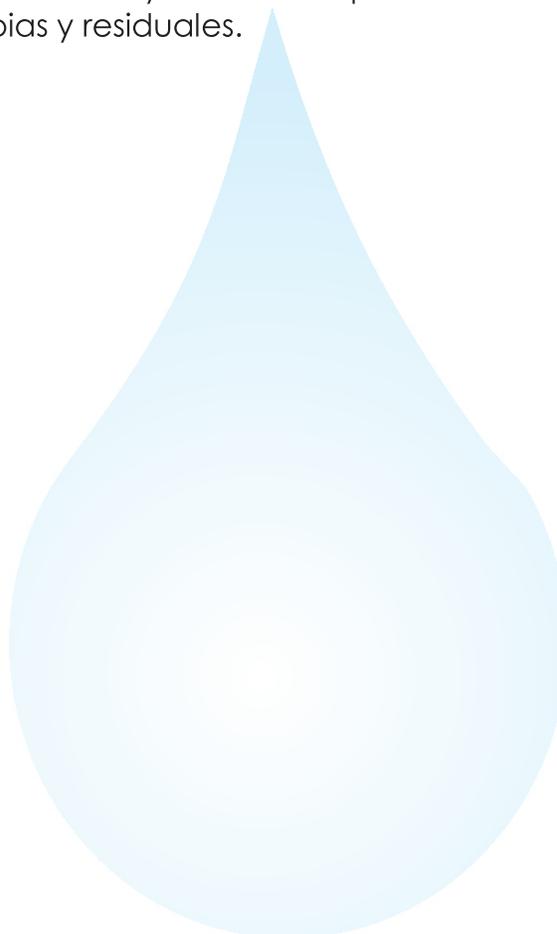
Los análisis realizados con algún propósito especial pueden exigir una desviación de los procedimientos establecidos para incluir un componente no habitual en los sólidos medidos. Cualesquiera que sean las variaciones técnicas que se introduzcan, estas deben registrarse y presentarse con los resultados.

3. Manipulación y preservación de la muestra

Utilícense botellas plásticas o vidrio refractario, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no se adhiera a las paredes del recipiente. Iníciase el análisis lo antes posible, pues resulta poco útil preservar la muestra. Refrigérese a 4°C hasta realizar el análisis, para reducir al mínimo la descomposición microbiológica de los sólidos.

4. Selección del método

Los métodos 4.1 al 4.5 son adecuados para la determinación de sólidos en aguas potables, de superficie y salinas, así como para aguas residuales domésticas e industriales, en una amplitud de 20.000 mg/l. el método 4.6 es idóneo para la determinación de sólidos de sedimentos y también para materiales sólidos y semisólidos producidos durante el tratamiento de aguas limpias y residuales.



5.1 SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103-105°C

1. Discusión general.

a. Principio: se evapora una muestra correctamente mezclada en una placa pesada y secada a peso constante en un horno a 103-105°C. El aumento de peso sobre el de la placa vacía representa los sólidos totales. Es posible que en aguas residuales el resultado no represente el peso real de los sólidos disueltos y sus pendidos.

b. Interferencias: el agua fuertemente mineralizada con una concentración significativa de calcio, magnesio, cloruro y/o sulfato puede ser higroscópica y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. Elimínesse las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Dispérsese con un mezclador las grasas y el aceite flotantes antes de separar una porción de muestra para análisis. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 miligramos.

2. Instrumental:

- Placas de evaporación: placas de 100 ml de capacidad, fabricadas con uno de los materiales siguientes:
 - Porcelana, 90 mm diámetro.
 - Platino, generalmente satisfactorio para tales fines.
 - Vaso alto de sílice.
- Horno de mufla para operar a 550 ± 50 °C
- Desecador, provisto de un desecante que tenga un indicador colorimétrico de concentración de humedad.
- Baño de vapor
- Horno de secado, para operaciones a 103 – 105 °C
- Balanza de análisis: capaz de pesar hasta 0.1 mg.

3. Procedimiento

- a. preparación de la placa de evaporación: si se va a medir sólidos volátiles
- Incinérese una placa de evaporación limpia a 550 ± 50 °C durante una hora en un horno de mufla.
 - Si solamente se intenta medir sólidos totales, caliéntese la placa limpia a 103-105°C durante una hora. Consérvase la placa en el

deseCADador hasta que se necesite. PesAR inmediatamente antes de usar.

b. Análisis de la muestra

Elíjase un volumen de muestra que proporcione un residuo entre 2.5 y 200 mg. Transfírase un volumen medido de muestra bien mezclada a la placa pesada previamente y evapórese hasta que se seque en un baño de vapor o un horno de secado. En caso necesario, añádase a la misma placa, después de evaporación, nuevas porciones de muestra. Si la evaporación se lleva a cabo en un horno de secado, reducir la temperatura 2°C aproximadamente por debajo del punto de ebullición, a fin de evitar salpicaduras. Secar la muestra evaporada al menos durante una hora en horno a 103-105°C, enfriar la placa en desecador para equilibrar la temperatura y pesar. Repítase el ciclo de secado, enfriado, desecación y pesado hasta obtener un peso constante, o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4% del peso previo o menor de 2.5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Cálculo

$$\text{Sólidos Totales (mg/L)} = \frac{(B - A) * 1000}{\text{ml muestra}}$$

Dónde:

A = Peso de la cápsula (mg)

B = Peso de la cápsula + peso del residuo (mg)

5. Precisión

Se realizaron análisis por duplicado, en un solo laboratorio, de 41 muestras de aguas limpias y residuales, con una desviación estándar de diferencias de 6.0 mg/l.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos Totales, Método 2540 B.

5.2 SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS SECADOS A 180 °C

1. Discusión general.

a. Principio: Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio; posteriormente, el filtrado se evapora hasta que se seque en una placa pesada y secada a peso constante a 180 °C. El aumento de peso de la placa representa los sólidos totales disueltos.

Es posible que los resultados no coincidan con el valor teórico para sólidos calculado a partir del análisis químico de la muestra (ver la parte introductoria). Se han puesto a punto métodos aproximativos para correlacionar los análisis químicos con sólidos disueltos. Para determinar los sólidos totales disueltos, puede utilizarse el filtrado a partir de la determinación de sólidos totales en suspensión. (Numeral 4.3)

b. Interferencias: Las aguas excesivamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruro y/o sulfatos, pueden ser higroscópicas y exigir un secado prolongado, un grado de desecación adecuado y un pesado rápido. Las Muestras ricas en bicarbonato requieren un secado cuidadoso y, probablemente, prolongado, a 180 °C, para asegurar la conversión completa de bicarbonato a carbonato. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg.

2. Instrumental

- Disco de filtración de fibra de vidrio, sin aglutinante orgánico.
- Aparato de filtración: Elijase de entre los dispositivos siguientes el más adecuado para el disco de filtrado seleccionado:
 - Embudo de filtro de membrana
 - Crisol de Gooch, 25 a 40 ml de capacidad, con adaptador.
 - Dispositivo de filtrado, con reservorio y disco de arandela gruesa (40-60 μm) como soporte del filtro.
- Matraz de succión: de capacidad suficiente para el tamaño de la muestra seleccionado.
- Horno de secado, para operaciones a 180 \pm 2 °C.

3. Procedimiento

a. Preparación del disco de filtrado de fibra de vidrio: insértese el disco con la cara rugosa hacia arriba en el aparato de filtrado. Abrase el paso de vacío, Lávese el disco con tres volúmenes

sucesivos de 20 ml de aguas destilada. Continuar la succión hasta eliminar todo vestigio de agua. Deséchese el agua de lavado.

- b. Preparación de la placa de evaporación: Si se va a medir sólidos volátiles, incinérese la placa de evaporación limpia a 550 ± 50 °C durante una hora en un horno de mufla. Si se desea medir únicamente sólidos totales disueltos, caliéntese la placa limpia a 180 ± 2 °C durante una hora en horno. Consérvese en desecador hasta su uso. Pesar antes de usar.
- c. Selección del filtro y tamaño de la muestra: Elíjase un volumen de muestra que proporcione entre 2,5 a 200 mg de residuo seco. Si se requiere más de 10 minutos para completar el filtrado, se debe aumentar el tamaño del filtro o disminuir el tamaño de la muestra, en cualquier caso no debe producir menos de 2,5 mg de residuo.
- d. Análisis de la muestra: Filtrese el volumen medido de la muestra bien mezclada mediante un filtro de fibra de vidrio, lávese con tres volúmenes sucesivos de 10 mililitros de agua destilada, permitiendo el drenaje completo del filtro entre los lavados. Continúe con la succión durante 3 minutos después de terminar el filtrado. Transfírase el producto a una placa de evaporación pesada y evapórese hasta que seque en un baño a vapor. Si el volumen filtrado excede la capacidad de la placa, añádase a la misma, después de la evaporación, nuevas porciones de muestra. Séquese al menos durante una hora en horno a 180 ± 2 °C, enfríese en un desecador para equilibrar la temperatura y procédase a pesar. Repita el ciclo de secado, enfriado, desecación y pesado hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menos al 4% del peso previo o menos de 0,5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Calculo

$$\text{Sólidos Totales (mg/L)} = \frac{(A - B) * 1000}{\text{ml muestra}} * 1000$$

Donde

A: Peso del residuo seco + placa.

B: Peso de la placa.

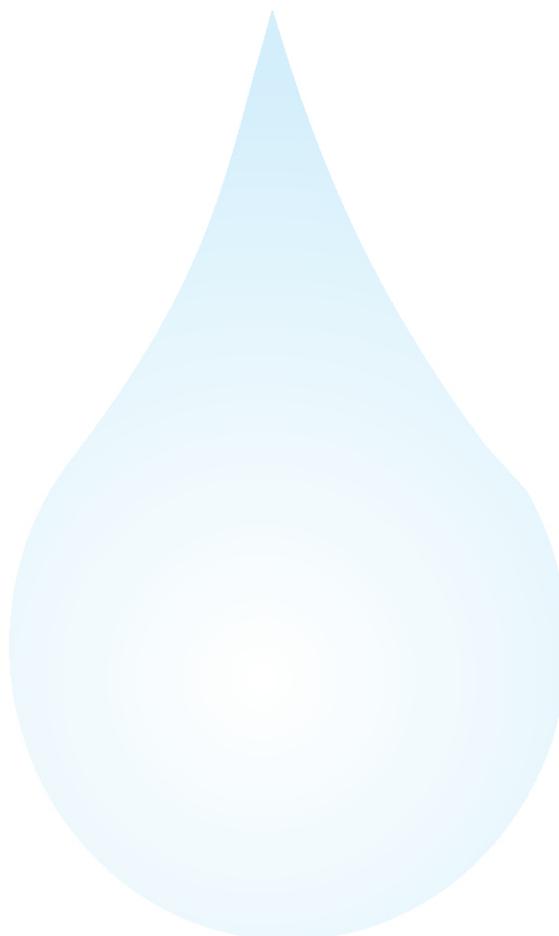


5. Precisión.

Se llevó a cabo en un solo laboratorio el análisis de 77 muestras de un peso de 293mg/l, con una desviación estándar de diferencias de 21.20 mg/l.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos Disueltos, Método 2540 C.



5.3 SÓLIDOS TOTALES EN SUSPENSIÓN SECADOS A 103 °C

1. Discusión general.

a. Principio: Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio, y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante a 103-105°C. El aumento de peso en el filtro representa los sólidos totales en suspensión. Si este material obtura el filtro y prolonga la operación del filtrado, la diferencia entre el total del filtrado y el total de sólidos disueltos puede proporcionar un cálculo aproximado de los sólidos totales en suspensión.

b. Interferencias: Elimínese de la muestra las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Puesto que un residuo excesivo sobre el filtro puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg. Para las muestras ricas en sólidos disueltos, lávese meticulosamente el filtro para asegurar la eliminación del material disuelto. Los tiempos de filtración prolongados, consecuencia de la obturación del filtro, puede originar resultados altos debido a una cantidad excesiva de sólidos capturados en el filtro obturado.

2. Instrumental

Además de los aparatos enumerados en las secciones anteriores, con excepción de la placa de evaporación, el baño de vapor y el horno de 180°C, se requiere una:

Plancheta, acero inoxidable o aluminio, 65 mm de diámetro.

3. Procedimiento

a. Preparación del disco de filtrado de fibra de vidrio: Insértese el disco en el aparato de filtrado. Abra el paso de vacío y lávese el disco con tres volúmenes sucesivos de 20 ml de agua destilada. Elimine el agua de lavado. Séquese en horno a 103-105°C durante una hora. Si se va a medir sólidos volátiles, incínese a 550± 50°C en horno de mufla, enfríese en desecador para equilibrar la temperatura y procédase a pesar. Repita el ciclo hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor de 0,5

mg entre pesadas sucesivas. Consérvese en desecador. Pesar inmediatamente antes de usar.

- b. Selección del filtro y tamaño de la muestra: Para muestras no homogéneas como agua residual no tratada, utilícese un filtro ancho para permitir el filtrado de una muestra representativa.
- c. Análisis de la muestra: Móntese el aparato de filtrado y el filtro e iníciase la succión. Para ajustar el filtro, humidézcase este con una pequeña cantidad de agua destilada. Filtre un volumen de muestra bien mezclada por el filtro de fibra de vidrio. Lávese con tres volúmenes de 10 ml de agua destilada, permitiendo el drenaje completo del filtro entre los lavados, continúese succionando por tres minutos después de terminar el filtrado. Sepárese cuidadosamente el filtro del aparato y trasládese a una plancheta de aluminio o acero inoxidable. Alternativamente, procédase a separar el crisol y la combinación del filtro del adaptador del crisol, si se está utilizando un cristal de Gooch. Séquese en horno a 103-105°C durante una hora al menos, enfríe en un desecador para equilibrar la temperatura y pésese. Repita el ciclo (secado, enfriamiento, desecación y pesado) hasta obtener un peso constante. Repita el ciclo (secado, enfriamiento, desecación y pesado) hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso previo o menor de 0,5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Cálculo

$$\text{Sólidos Totales suspendidos (mg/L)} = \frac{(A-B) \cdot 1000}{\text{ml muestra}} \cdot 1000$$

A: Peso del residuo seco + placa.

B: Peso de la placa.

5. Precisión

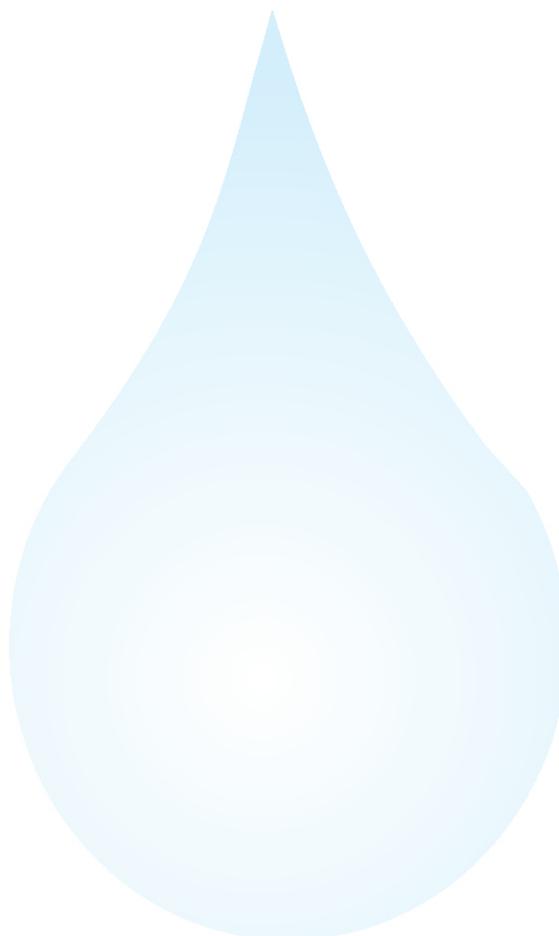
En los estudios efectuados por dos analistas sobre cuatro series de 10 determinaciones cada una, la desviación estándar fue de 5.2 mg/l (coeficiente de variación 33%) a 15 mg/l; 24 mg/l (10%) a 242 mg/l, y a 13 mg/l (0.76%) a 1707 mg/l.



Se realizaron análisis por duplicado, en un solo laboratorio, de muestras de agua naturales y residuales, con una desviación estándar de diferencias de 2.8 mg/l.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985. Determinación de Sólidos Suspendidos, Método 2540 D.



5.4 SÓLIDOS FIJOS Y VOLATILES INCINERADOS A 550°C.

1. Discusión general.

a. Principio: el residuo obtenido con los métodos 4.1, 4.2, 4.3 se incinera, a peso constante, a una temperatura de $550 \pm 50^\circ\text{C}$. Los sólidos remanentes representan los sólidos totales fijos, disueltos o en suspensión, mientras que la pérdida de peso por ignición representa los sólidos volátiles. La determinación es útil para el control de las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, porque ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, lodos activados y residuos industriales.

b. Interferencias: Durante el proceso de secado pueden producirse errores negativos en los sólidos volátiles por pérdida de materia evaporable. La determinación de bajas concentraciones de sólidos volátiles en presencia de concentraciones elevadas de sólidos fijos puede estar sujeta a errores considerables. En tal caso, deberán medirse los compuestos volátiles mediante otra prueba, por ejemplo, la del carbono orgánico total.

2. Instrumental.

Véase secciones 5.1, 5.2, 5.3

3. Procedimiento

Incinérese el residuo producido por los métodos 3.1, 3.2, 3.3 a peso constante en un horno a $550 \pm 50^\circ\text{C}$. se deberá elevar el horno a esta temperatura antes de introducir la muestra. Por lo general, la incineración sólo precisa de 15 a 20 minutos. Enfríe la placa o el disco de filtro al aire hasta que se haya disminuido el calor, transfiera a un desecador para proceder a su enfriamiento final en una atmósfera seca, cuidado de no sobrecargar el desecador. Pésese la placa o el disco tan pronto como se haya enfriado para equilibrar la temperatura. Repítase el ciclo de incinerado, enfriado, desecado y pesado) hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso previo.

4. Cálculos

Reportar la pérdida de peso en la calcinación como sólidos volátiles y el remanente como sólidos fijos.

$$\text{Sólidos Volátiles (mg/L)} = \frac{(A - B) * 1000}{ml \text{ muestra}} * 1000$$

$$\text{Sólidos Fijos (mg/L)} = \frac{(B - C) * 1000}{ml \text{ muestra}} * 1000$$

Dónde:

A = Peso de residuo + placa antes de ignición

B = Peso de residuos + placa o filtro después de la ignición

C = Peso de la cápsula o filtro.

5. Precisión

En los estudios realizados por 3 laboratorios sobre 4 muestras y 10 replicados, la desviación estándar fue de 11 mg/l a 170 mg/l de sólidos totales volátiles. No se pudieron obtener datos de sesgo de muestras reales.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos fijos y volátiles incinerados a 550°C, Método 2540 E.

5.5 SÓLIDOS SEDIMENTABLES

1. Discusión general.

Los sólidos sedimentables de las aguas de superficie y salinas, así como de los residuos domésticos e industriales, pueden ser determinados y expresados en función de un volumen (ml/l) o de un peso (mg/l).

2. Instrumental:

La prueba volumétrica requiere solamente de un Cono Imhoff. En la gravimétrica, son necesarios todos los instrumentos enunciados en la sección 4.3 y un vaso de vidrio con un diámetro mínimo de 9 cm.

3. Procedimiento

- a. Volumétrico: Llénese un cono de Imhoff hasta la marca de un litro con una muestra bien mezclada. Déjese sedimentar durante 45 minutos, removiendo suavemente las paredes del cono con una varilla o por rotación; manténgase en reposo por 15 minutos más y regístrese el volumen de sólidos sedimentables del cono como ml/l. Si la materia sedimentada contiene bolsas de líquido entre partículas gruesas, evalúese el volumen de aquellas y réstese del volumen de sólidos sedimentados. El límite inferior práctico de la medición depende de la composición de la muestra y, en general, es del orden de 0,1 a 1,0ml/l. En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotables, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable.
- b. Gravimétrico:
 1. Determínese los sólidos totales en suspensión de una muestra bien mezclada (sección 4.3)
 2. Viértase una muestra bien mezclada en un vaso de vidrio de no menos de 9 cm de diámetro, con capacidad para un litro y con una profundidad de 20 cm. Alternativamente, utilizar un vaso de vidrio de diámetro, superior y mayor volumen de muestra. Déjese en reposo por una hora y, sin remover el material sedimentado o flotable, extráigase 250ml desde el centro del recipiente en un punto a medio camino entre las superficies del material sedimentado y del líquido. Determínese los sólidos totales suspendidos (mg/l) de este líquido sobrenadante (sección 4.3). Esto son los sólidos no sedimentables.

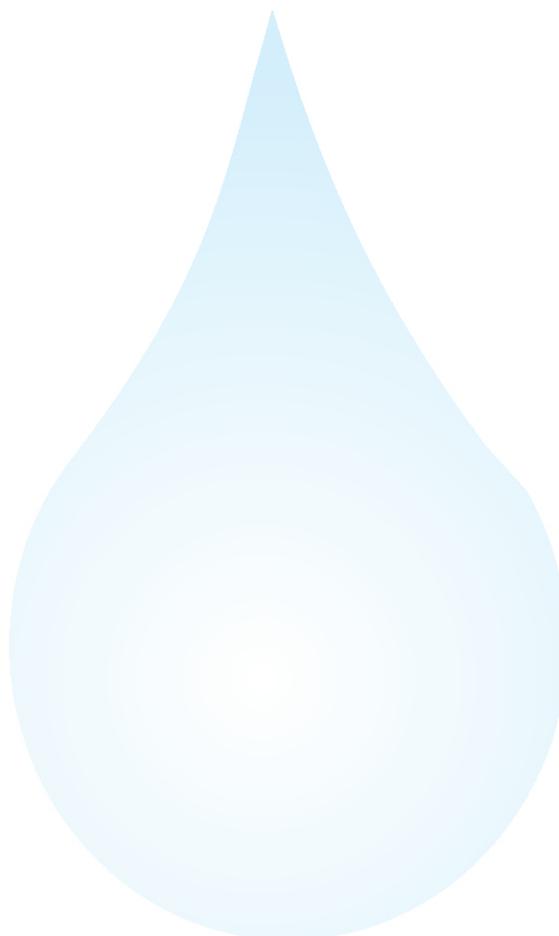


4. Cálculos

Sólidos Sedimentables (mg/L) = Sólidos Suspendidos (mg/l) – Sólidos no Sedimentables (mg/l)

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos Sedimentables, Método 2540 F.



6. OXIGENO DISUELTO (OD)

1. Significado.

Los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales dependen de la actividad física, química y biológica del sistema de aguas. El análisis de OD es una prueba clave en la contaminación del agua y control de procesos de tratamiento de aguas residuales.

2. Selección del método

Se describen los métodos para análisis de OD: el de Winkler o yodométrico y sus modificaciones, y el electrométrico que utiliza electrodos de membrana. El método Yodométrico es un procedimiento titulométrico basado en la propiedad oxidante del OD, mientras que el método del electrodo de membrana se basa en la tasa de difusión del oxígeno molecular a través de una membrana. La elección del método depende de las interferencias presentes, precisión deseada y, en algunos casos, de la comodidad o conveniencia.

6.1 MÉTODO YODOMÉTRICO

1. Principio

El método Yodométrico es el procedimiento titulométrico más exacto y fiable para analizar OD. Se basa en la adición de solución de manganeso divalente, seguido de álcali fuerte, a la muestra contenida en un frasco con tapón de vidrio. OD oxida rápidamente una cantidad equivalente del precipitado disperso de hidróxido de manganeso divalente a hidróxido a hidróxido con mayor estado de valencia. En presencia de iones yoduro, en solución ácida, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con liberación de yodo equivalente al contenido original de OD. Entonces se valora el yodo con una solución patrón de tiosulfato.

El punto final de la titulación se puede detectar visualmente, con un indicador de almidón, o electrométricamente, con técnicas potenciométricas o de punto muerto. Los analistas experimentados pueden mantener una precisión de $\pm 50 \mu\text{g/l}$ en la detección visual del punto final y una precisión de $\pm 5\mu\text{g/l}$ en la del punto final electrométrico.

El yodo liberado se puede determinar también directamente con espectrofotómetros de absorción simple. Este método se puede usar de forma rutinaria para obtener estimaciones muy exactas del OD se orden de $\mu\text{g/l}$, siempre que no haya interferencia de partículas materiales, de color o químicas.

2. Selección del método.

Antes de seleccionar un método, tener en cuenta el efecto de las interferencias, especialmente los materiales oxidantes o reductores que puedan hallarse presentes en la muestra. Algunos agentes oxidantes liberan yodo a partir de los yoduros (interferencias positivas) y algunos reductores reducen el yodo (interferencia negativa). La mayoría de la materia orgánica se oxida parcialmente cuando el manganeso oxidado precipitado se acidifica, causando así errores negativos.

Para reducir al mínimo el efecto de esas interferencias, se ofrecen varias modificaciones del método Yodométrico. Entre los procedimientos más comúnmente utilizados, se encuentra la modificación de azida, la de permanganato, la floculación de alumbre y la floculación del sulfato de cobre - ácido sulfámico. La modificación de azida elimina eficazmente la interferencia producida por el nitrito, que es la más común en diluyentes tratados biológicamente y muestras de DBO incubadas. Utilícese la modificación de permanganato en presencia de ión ferroso. Cuando la muestra contenga 5mg o más de sales férricas/l, añádase fluoruro de potasio (KF) como primer reactivo en la modificación de azida o después del tratamiento de permanganato para el hierro ferroso. Alternativamente, elimínese la interferencia de Fe(III) por medio de ácido fosfórico al 85 u 87% (H_3PO_4) en lugar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) para acidificación. Este procedimiento no se ha ensayado para concentraciones de Fe(III) por encima de 20mg/l.

Utilícese la modificación de floculación de alumbre en presencia de sólidos en suspensión que causen interferencias, y la floculación con sulfato de cobre - ácido sulfámico sobre licor mixto de cieno activo.

3. Toma de muestra

Recójase las muestras con mucho cuidado. Los métodos de muestreo dependen en gran manera de la fuente y hasta cierto punto del método de análisis. No dejar la muestra en contacto con el aire ni agitarla, para que no varíe su contenido gaseoso. Las



muestras tomadas a cierta profundidad en corrientes, lagos o pantanos, y las de calderas, requieren de precauciones especiales para eliminar los cambios de presión y temperatura. Se han desarrollado procedimientos y equipos para el muestreo de aguas bajo presión y otras no confinadas (por ejemplo corrientes, ríos y pantanos).

Recójase las muestras de aguas superficiales en frascos de boca estrecha y con tapón de vidrio DBO de 300 ml de capacidad, con tapones de vidrio sinterizado. De forma apuntada y boca con reborde. Evítase el arrastre o disolución de oxígeno atmosférico. Al tomar muestras de una línea bajo presión, sujétese al grifo un tubo de goma o vidrio que llegue al fondo del frasco. Déjese que el frasco rebose dos o tres veces y póngase la tapa de modo que no queden burbujas de aire.

4. Conservación de las muestras

Determinése el OD inmediatamente en todas las muestras que contengan una demanda apreciable de oxígeno y yodo. Las que no presenten demanda de yodo se pueden conservar durante unas horas sin cambios tras la adición de solución de sulfato manganoso ($MnSO_4$), solución alcali-yoduro, y H_2SO_4 , seguida de agitación en la forma usual. Protéjase las muestras almacenadas de la luz solar intensa y valórese lo antes posible.

Las muestras con demanda de yodo se conservarán durante 4 a 8 horas por adición de 0.7 ml de H_2SO_4 conc y 1 ml de solución de azida sódica (2 g de $NaN_3/100ml$ de agua destilada) al frasco DBO. Así, se interrumpe la actividad biológica y se mantiene el OD si el frasco se almacena a la temperatura de recogida o se hace un cierre de agua y se mantiene a 10-20°C. Completar el método lo antes posible, utilizando 2 ml de solución de $MnSO_4$, 3 ml de solución alcali-yoduro y 2 ml de H_2SO_4 conc.

6.2 MODIFICACIÓN DE AZIDA.

1. Discusión general

utilícese la modificación de azida para la mayoría de aguas residuales, diluyentes y muestras de corrientes, especialmente si contiene más de 50 μg NO_2-N/l y no más de 1 mg de hierro ferroso/l. deben estar ausentes otros agentes reductores u oxidantes. Si se añade 1 ml de solución KF antes de acidificar la muestra y no se

retrasa la titulación, el método es aplicable en presencia de 100 a 200 mg de hierro férrico/l.

2. Reactivos

- Solución de Sulfato Manganeso: Disolver 480 gr de $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ó 400 gr $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ó 364 gr $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Filtrar y completar el volumen a 1 litro. La solución de MnSO_4 no debe dar color con el almidón al adicionar solución acidificada de KI.
- Reactivo Alkali Yoduro Ácida:
 1. Para muestras saturadas o menos que saturadas: disuélvase 500 g de NaOH (o 700 g KOH) y 135 g NaI (o 150 g KI) en agua destilada y dilúyase a 1 l. Añádase 10 g NaN_3 disuelto en 40 ml de agua destilada. Las sales de potasio y sodio pueden intercambiarse. Este reactivo no debe dar color con la solución de almidón cuando se diluya y acidifique.
 2. Para muestras sobresaturadas: Disuélvase 10 gr de NaN_3 en 500 ml de agua destilada. Adicionar 480 gr NaOH y 750 gr NaI, agitando hasta disolverlos. Se presentará una turbidez blanca debido al carbonato de sodio, pero no es perjudicial. Precaución: No acidificar esta solución, se pueden producir vapores tóxicos de ácido hidrazoico.
- Ácido Sulfúrico concentrado: 1 ml es equivalente a unos 3.0 ml del reactivo alcali-yoduro-ázida.
- Almidón: Disolver 2.0 g de almidón soluble (grado laboratorio) y 0.2 g de ácido salicílico (conservante) en 100 ml de agua destilada caliente.
- Titulante tiosulfato de sodio patrón: Disuélvase 6,205 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Adicionar 1.5 ml de NaOH 6N ó 0.4 g de NaOH sólido y dilúyase a 1 litro. Estandarícese con solución de biyodato.
- Solución patrón de Biyodato de Potasio 0.0021 M: Disuélvase 812.4 mg. de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ en agua destilada y llevar a 1 litro.

Estandarización: Disuélvase aproximadamente 2 g de KI, exento de yodato, en un erlenmeyer con 100 a 150 ml de agua destilada. Añádase 1 ml de ácido sulfúrico 6N o unas gotas de ácido sulfúrico

concentrado y 20ml de solución patrón de biyodato. Dilúyase a 200 ml y titúlese el yodo liberado con tiosulfato, añadiendo almidón hacia el final de la titulación, cuando se produzca un color paja pálido. Cuando las soluciones tengan igual concentración, se necesitarán 20 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025M. Si no es así, ajústese la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ a 0,025 M.

□ Solución de fluoruro de potasio: Disuélvase 40 g de $\text{KF}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y dilúyase a 100 ml.

3. Procedimiento.

- a. A la muestra recogida en un frasco de 250 a 300 ml se añade 1 ml de solución de sulfato manganoso (MnSO_4), y después 1 ml de álcali-yoduro-azida. Si se mojan las pipetas con la muestra, lávese antes de volver al frasco de reactivo. Alternativamente, manténgase la punta de la pipeta justo por encima de la superficie del líquido, al añadir los reactivos. Tápese con cuidado para excluir las burbujas de aire, y mezcle invirtiendo varias veces. Cuando el precipitado se ha depositado suficientemente (hasta aproximadamente a la mitad del volumen del frasco), añádase 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, para dejar un sobrenadante claro por encima del hidróxido de manganeso floculado. Vuélvase a tapar y mézclese invirtiendo varias veces hasta disolución completa. Titúlese un volumen correspondiente a 200 ml de muestra original tras corrida la pérdida de muestra por desplazamiento con los reactivos. Así, para un total de 2 ml (1 ml de cada uno) de MnSO_4 y reactivos álcali-yoduro-azida en un frasco de 300 ml, titúlese $200 \times 300 / (300 - 2) = 201$ ml.
- b. Titúlese con solución 0.025M de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta color paja pálido. Añádase unas gotas de solución de almidón y continúese valorando hasta la primera desaparición del color azul, si se sobre pasa el punto final, valórese por retroceso con solución de biyodato 0.0021M añadiendo gota a gota, o por adición de un volumen medido de muestra tratada. Realícense las correcciones posteriores debidas al efecto catalítico del nitrito o a trazas de sales férricas que no has sido complejadas con fluoruro.

4. Cálculo

- a. Para titular 200 ml de muestra, 1 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025M = 1 mg/l OD/l.
- b. Para expresar los resultados como porcentaje de saturación a 101.3 kPa, utilícense los datos de solubilidad del oxígeno, corríjase la solubilidad a presiones barométricas distintas de la media al nivel del mar y para diferentes concentraciones de cloro.

5. Precisión y sesgo

Puede determinarse OD con una precisión expresada como desviación estándar alrededor de 20 µg/l en agua destilada y alrededor de 60 µg/l en aguas residuales y diluyentes secundarios. En presencia de interferencias apreciables, incluso con las modificaciones adecuadas, la desviación estándar puede llegar a 100 µg/l. se pueden dar errores aún mayores en los análisis de aguas que tengan sólidos orgánicos en suspensión o gran contaminación. Evítese los errores debidos a la falta de cuidado al recoger las muestras, por prolongar la terminación del análisis o por seleccionar una modificación inadecuada.

6.3 METODO ELECTRODO DE MEMBRANA

1. Discusión general

Se han realizado varias modificaciones del método iodométrico para eliminar o reducir al mínimo los efectos de las interferencias; de todos modos, el método sigue siendo inaplicable a una serie de aguas residuales domésticas e industriales. Además, el método iodométrico no sirve para pruebas de campo, ni se puede adaptar fácilmente al control continuo para determinación *in situ* de OD.

Los métodos polarográficos que utilizan el electrodo de caída de mercurio o el giratorio de platino no han sido siempre fiables para el análisis de OD en aguas residuales industriales y domésticas, porque las impurezas de la solución problema pueden intoxicar el electrodo o interferir de otra forma. Esos problemas se reducen al mínimo con sistemas de electrodo cubierto de membrana, ya que el elemento sensor está protegido por una membrana plástica permeable de oxígeno que sirve de barrera de difusión frente a las impurezas. En condiciones de equilibrio estable, la corriente es directamente proporcional a la concentración de OD.

Se han utilizado electrodos de membrana de tipo polarográficos y galvánico para medir OD en lagos y pantanos, para estudios de corrientes y control de diluyentes industriales, para control continuo de OD en unidades de cieno activado y para estudios oceanográficos y de estuarios. Al ser totalmente sumergibles, los electrodos de membrana son adecuados para análisis *in situ*. Su fácil transporte, funcionamiento y mantenimiento les hace especialmente

conveniente para aplicaciones de campo. En investigaciones de laboratorio, los electrodos de membrana se han utilizado para análisis continuo de OD en cultivos bacterianos, incluido el test DBO.

a. Principio.

Los electrodos de membrana sensibles de oxígeno, de tipo polarográficos, están compuestos por dos electrodos metálicos sólidos en contacto con un electrolito de soporte separado de la solución problema por una membrana selectiva. La diferencia básica entre el sistema galvánico y el polarográficos está en que en el primero la reacción es espontánea (similar a la de una célula de combustible), mientras en el segundo se precisa una fuente de voltaje aplicado para polarizar el electrodo indicador. Normalmente, se usan membranas de polietileno y fluorocarbono, al ser permeables al oxígeno molecular y relativamente robustas.

Existe una relativa variedad de electrodos de membrana disponible comercialmente. En todos ellos, "la corriente difusora" es linealmente proporcional a la concentración de oxígeno molecular. La corriente puede transformarse fácilmente en unidades de concentración (como mg/l) por medio de varios procedimientos de calibrado.

Los electrodos de membrana presentan un coeficiente de temperatura relativamente alto, debido en gran medida a los cambios de permeabilidad de la membrana. El efecto de la temperatura sobre la sensibilidad del electrodo, ϕ (micro amperio por miligramos por litro), se puede expresar por medio de la siguiente relación simplificada:

$$\text{Log } \phi = 0,43 mt + b$$

Dónde:

t= temperatura °C.

m= constante que depende del material de la membrana.

b= constante que depende en gran medida del grosor de la membrana.

Si se determinan los valores de ϕ y m para una temperatura (ϕ_0 y t_0), es posible calcular la sensibilidad a cualquier temperatura deseada (ϕ y t) como sigue:

$$\text{Log } \phi = \text{log } \phi_0 + 0,43 m (t - t_0)$$

Las cartas monográficas para corrección de temperatura se pueden elaborar fácilmente y son proporcionadas por algunos fabricantes.

Compruébese frecuentemente uno o dos puntos para confirmar el calibrado original. Si éste varía, el nuevo calibrado debe ser paralelo al original, siempre que se use el mismo material en la membrana.

La compensación de la temperatura también se puede hacer automáticamente por medio de termistores en el circuito de electrodos. Sin embargo, estos pueden no compensar totalmente en una escala amplia de temperatura. Para algunas aplicaciones, en que se requiere gran exactitud, úsense las cartas monográficas calibradas para corregir el efecto de la temperatura. En caso de electrodo de membrana OD en aguas estuarinas o residuales con fuerza iónica variable, corregir el efecto salinización sobre la sensibilidad del electrodo. Este efecto es parcialmente importante para cambios grandes de contenido en sal. La sensibilidad del electrodo varía con la concentración salina según la relación siguiente:

$$\text{Log } \varphi_s = 0,43 m_s C_s + \text{log } \varphi_0$$

Dónde:

φ_s, φ_0 = sensibilidad en la solución salina y agua destilada, respectivamente.

C_s = concentración de sal (preferiblemente fuerza iónica)

m_s = Constante (coeficiente salinización)

Si se determina φ_0 y m_s , es posible calcular la sensibilidad para cualquier valor de C_s . Las medidas de la conductividad se pueden usar para aproximar la concentración de la sal (C_s), lo que es especialmente aplicable a las aguas estuarinas.

Interferencias

Las películas de plástico utilizadas con los sistemas de electrodo de membrana son permeables a una serie de gases, además de oxígeno, aunque ninguno se despolariza fácilmente en el electrodo indicador. El uso prolongado de electrodos de membrana en aguas que contengan gases, tales como el sulfuro de hidrógeno (H_2S), tiende a reducir la sensibilidad de la célula. Elimínese esa interferencia, cambiando frecuentemente el electrodo de membrana.

Toma de muestra.

Dado que los electrodos de membrana ofrecen la ventaja de análisis in situ, eliminan los errores debidos a la manipulación y al mantenimiento de la muestra. Si es preciso tomar muestras, se adoptarán las mismas precauciones indicadas para el método yodométrico.

2. Instrumental

Electrodo de membrana sensible al oxígeno, polarográficos o galvánico, con medidor adecuado.

3. Procedimiento.

a. Calibrado: sígase las indicaciones del fabricante para obtener una precisión y exactitud garantizadas. Generalmente, los electrodos de membrana se calibran por lecturas frente a aire o una muestra de concentración conocida de OD (determinada yodométricamente), así como en una muestra de OD cero. (Añádase exceso de sulfito de sodio Na_2SO_3 , y una traza de cloruro de cobalto, CoCl_2 , para llevar OD a cero). Es preferible calibrar con muestras de agua problema. Evítese un calibrado yodométrico donde se sospechen sustancias interferentes. A continuación se da un ejemplo de los procedimientos recomendados:

1. Agua dulce: para muestras no contaminadas donde no haya sustancias interferentes, calíbrese la solución problema o agua destilada, lo que sea más cómodo.
2. Agua salada: Calíbrese directamente con muestras de agua de mar o con aguas que contengan una concentración de sal constante superior a 1000 mg/l.
3. Agua dulce con contaminantes o sustancias interferentes: Calíbrese con agua destilada porque la muestra daría resultados erróneos.
4. Agua salada con contaminantes o sustancias interferentes: Calíbrese con una muestra de agua limpia que contenga la misma cantidad de sal que la muestra. Añádase una solución concentrada de cloruro de potasio (KCl) (véase la tabla 3) a agua destilada para producir la misma conductancia específica que en la muestra. Para muestras oceánicas contaminadas, calíbrese con una muestra de agua de mar sin contaminar.



5. Aguas de estuarios con cantidades diferentes de sal: Calíbrese con una muestra de agua de mar no contaminada o agua destilada o del grifo. Determinése la concentración de cloruro o sal de la muestra y revísese el calibrado para tener en cuenta el cambio de solubilidad del oxígeno en el agua de estuario.

b. Medición de la muestra

Sígase todas las precauciones recomendadas por el fabricante para asegurar unos resultados aceptables. Téngase cuidado de cambiar la membrana para evitar la contaminación del elemento sensor y el englobamiento de burbujas diminutas de aire bajo la membrana que pueden dar lugar a una menor respuesta y a una corriente residual elevada. Proporcionése suficiente flujo de muestra a través de la superficie de la membrana para evitar la respuesta errática.

c. Validación del efecto temperatura

Compruébese frecuentemente uno o dos puntos para verificar los datos de corrección de la temperatura.

4. Precisión y sesgo

Con la mayoría de los sistemas de electrodos de membrana existentes en el comercio se puede obtener una exactitud de $\pm 0,1$ mg OD/l y una precisión de $\pm 0,05$ mg OD/l.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985
Determinación de Oxígeno disuelto, Método 4500-O C.



7. DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)

1. Discusión general

a. Principio: El método consiste en llenar con muestra, hasta rebosar, un frasco hermético de tamaño especificado, e incubarlo a temperatura establecida durante 5 días. El oxígeno disuelto se mide antes y después de la incubación, y el RBO se calcula mediante la diferencia entre el OD inicial y el final. Debido a que el OD se determina inmediatamente después de hacer la dilución, toda la captación de oxígeno, incluida la que ocurre durante los 15 primeros minutos, se incluye en la determinación de DBO.

b. Toma de la muestra y almacenamiento

Para esta prueba la muestra puede degradarse de forma significativa mientras están almacenadas, entre su recogida y el análisis, y como resultado producir valores de DBO bajos. Esta interferencia se reduce al analizar la muestra inmediatamente o enfriando la muestra a temperatura próxima a la congelación (4°C) durante su almacenamiento. Sin embargo reduzca el tiempo de almacenamiento. Lleve la muestra a 20°C para su análisis.

1. Muestras tomadas al azar: Si la muestra se analiza en un plazo de 2 horas el almacenamiento en frío es innecesario. Si el análisis no se realiza en este periodo, conserve la muestra en frío a 4°C, inicie el análisis en un plazo de 6 horas después de su recogida. De no ser posible conserve la muestra a 4°C o inferior, e informe el tiempo de almacenamiento y temperatura, del almacenamiento con los resultados. No deje pasar 24 horas de almacenamiento de la muestra para su análisis. Cuando estas van a ser utilizadas para fines de regulación hágase todo lo posible para analizar la muestra en el plazo de 6 horas después de su recogida.
2. Muestras mixtas: consérvase la muestra a 4°C o inferior durante la mezcla. Utilice los mismos criterios anteriormente mencionados. Límitese el periodo de mezcla a 24 horas. Utilícese los mismos criterios que para el almacenamiento de muestras tomadas al azar, empezando la determinación del tiempo de mantenimiento a partir del final del periodo de

mezcla. Infórmese del tiempo y condiciones de almacenamiento de la muestra como parte de los resultados.

2. Instrumental

- Botella de incubación 250 a 300 ml.
- Incubador de aire o baño de agua controlado por termostato a 20°C. Elimine la luz para evitar producción de OD por fotosíntesis.

3. Reactivos

- Solución Buffer de fosfatos:* Disolver 8.5g de KH_2PO_4 , 21.75g de K_2HPO_4 , 33.4g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 1.7g de NH_4Cl en 500 ml de agua destilada y completar a volumen de 1 L. (pH 7.2)
- Solución de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:* Disolver 22.5 gr de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y llevar a volumen de 1L con agua destilada.
- Solución de FeCl_3 :* Disolver 0.25g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y llevar a volumen de 1L con agua destilada.
- Solución de H_2SO_4 1N:* Diluya cuidadosamente 28 ml de H_2SO_4 concentrado en agua destilada, llevar a volumen final de un litro.
- Solución de CaCl_2 :* Disolver 27.5 gr de CaCl_2 y llevar a volumen de 1 L con agua destilada.
- Solución NaOH 1N:* Disuelva 40g de NaOH en destilada, completar volumen a un litro.
- Solución de Sulfito de Sodio 0.025N:* Disolver 1.575g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en 1000 ml. Solución inestable, prepararla diariamente.
- Inhibidor de la nitrificación:* 2-cloro-6(tricloro metil) piridina
- Solución de cloruro de amonio:* disuelva 1,15 g de NH_4Cl en unos 500 ml de agua destilada, ajuste l pH a 7,2 con solución de NaOH, diluya hasta 1 l. la solución contiene 0,3 mg N/ml.
- Solución de glucosa-ácido glutámico:* Seque previamente del pesaje glucosa y ácido glutámico grado reactivo, a 103 °C durante una hora. Pese 150mg de glucosa y 150mg de ácido glutámico, disuelva en aguas destilada, lleve a volumen final de un litro. Preparar antes de usar.



4. Procedimiento

- a. Preparación del agua de dilución: Colóquese un volumen deseado de agua en un frasco adecuado y adicione un mililitro de las siguientes soluciones: tampón de fosfatos, sulfato de magnesio, cloruro de calcio y cloruro férrico por litro de agua. Si desea, siembre le agua de dilución como en el apartado 2 y 3, de forma que siempre tenga a mano agua de calidad garantizada.

Antes de usar el agua de dilución debe ponerse a temperatura de 20°C. Satúrese con OD agitando en una botella parcialmente llena o aireando con aire filtrado libre de materia orgánica. Alternativamente almacene en frascos de vidrio tapados con algodón con tiempo suficiente para que el agua se sature de oxígeno. Protéjase la calidad del agua utilizando material de vidrio, tubos y frascos limpios.

- b. Control del agua de dilución: utilícese este procedimiento como una comprobación aproximada de la calidad de agua de dilución.

Si la depleción de oxígeno del agua candidata excede de 0,2 mg/l, obténgase una muestra de agua satisfactoria mejorando la purificación, o de otra fuente. Alternativamente, inhibiendo la nitrificación, almacénese el agua de dilución, sembrada tal como se ha especificado antes, en una habitación oscura a temperatura ambiente hasta que la capacidad de oxígeno se haya reducido lo suficiente para cumplir los criterios de comprobación del agua de dilución. No se recomienda su almacenamiento cuando la DBO se va a determinar sin inhibir la nitrificación ya que pueden desarrollarse organismos nitrificantes durante este tiempo. Compruébese el agua de dilución almacenada para determinar si sigue habiendo suficiente amoníaco después de su almacenamiento. Si no es así, añádase solución de cloruro de amonio para proporcionar 0.45mg de amoníaco/l en calidad de nitrógeno. Si el agua no ha sido almacenada para mejorar su calidad, añádase suficiente material de siembra como para producir una captación de OD de 0,05 a 0,1 mg/l en 5 días a 20°C. Incúbese un frasco de agua de dilución por cinco días a 20°C. Determine el OD inicial y final. La captación de OD en 5 días a 20 °C no debería ser mayor de 0,2 mg/l y preferiblemente no mayor de 0,1 mg/l.

- c. Control de glucosa-ácido glutámico: debido a que la prueba de DBO es un bioensayo, sus resultados pueden verse influidos por la presencia de sustancias tóxicas o por el uso de un material de siembra de baja calidad. Las aguas destiladas suelen estar contaminadas con cobre; algunos simientes cloacales son relativamente inactivas. Con tales aguas y simientes siempre se obtienen resultados bajos. Compruébese periódicamente la calidad del agua de dilución, la efectividad de la simiente, y la técnica analítica mediante determinaciones de DBO en compuestos orgánicos puros y en muestras con adiciones conocidas. En general, para determinaciones de DBO que no requieren una simiente adaptada, utilícese una mezcla de 150 mg de glucosas/l y 150mg de ácido glutámico/l como solución de control patrón. La oxidación de la glucosa es muy alta pero con el ácido glutámico se estabiliza, siendo muy similar a la obtenida en muchas aguas residuales municipales. Determinése la DBO en 5 días a 20°C de una dilución al 2% de la solución control patrón. Alternativamente, si un agua residual particular contiene un componente principal identificable que contribuya a la DBO, utilícese este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico. Determinése la DBO de 5 días a 20°C de una disolución al 2% de la solución de control patrón de glucosa-ácido glutámico utilizando las técnicas expuestas en el apartado 4d y j.

Si los límites control están por fuera del sesgo de $198 \pm 30,5$ mg/l, vuelva a evaluar e investigue la fuente del problema. Si la DBO medido para una comprobación de glucosa ácido glutámico está fuera del intervalo de límite control aceptado, rechace la prueba con éste simiente y el agua de dilución.

Intervalo de funcionamiento y límite de detección: el intervalo de funcionamiento es igual a la diferencia entre OD inicial máximo (7 a 9mg/l) y el OD residual mínimo de 1mg/l multiplicado por el factor de dilución. Se establece el límite de detección inferior a 2 mg/l para una depleción de OD mínima de 2mg/l.

d. Siembra

1. Fuente de la simiente: Es necesario tener presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra. El agua residual doméstica, los efluentes no clorados, o desinfectados por otros medios, de las centrales de tratamiento biológico de los residuos, y las aguas de



superficie que reciben la descarga de agua residual contienen poblaciones microbianas satisfactorias. Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (residuos industriales, material desinfectado, muestras con pH extremos). Para tales residuos, siémbrese el agua de dilución añadiendo una población de microorganismos. La simiente preferida es el efluente de un sistema de tratamiento biológico procesador de residuos. Cuando no se disponga de ésta, Utilícese el sobrenadante del agua residual doméstica después de dejarlo reposar a temperatura ambiente por una hora (pero no más de 36 horas). Cuando se utiliza el efluente de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda inhibir la nitrificación.

Algunas muestras pueden contener materiales no degradados a la tasa normal por los microorganismos en el agua residual doméstica en reposo. Siémbrense estas muestras con población microbiana adaptada obtenida de efluente no desinfectados de un proceso biológico del tratamiento del residuo. En ausencia de tal servicio, obténgase simiente del agua receptora por debajo del punto de descarga (3 a 8 Km). Cuando tampoco se disponga de dicha fuente de simiente, desarróllese una simiente adaptada en el laboratorio aireando continuamente una muestra de agua residual doméstica en reposo y añadiendo pequeños incrementos diarios de residuos. De forma opcional, utilícese una suspensión de suelo o lodo activo, o una preparación de simiente comercial para obtener la población microbiana inicial. Determínese la existencia de una población satisfactoria ensayando el rendimiento de la simiente en pruebas de DBO realizadas en la muestra. Los valores de DBO que aumentan con el tiempo de adaptación hasta un valor estable alto indican adaptación con éxito de la simiente.

2. Control simiente: Determinar la DBO del material de siembra como para cualquier otra muestra. Es la simiente control. A partir de este valor y de uno conocido de la dilución del material de siembra (en el agua de dilución) determínese la captación de OD de la simiente. Lo ideal es hacer disoluciones de la simiente tales que la mayor cantidad resultante en al menos el 50% de depleción de OD. La representación de la depleción del OD, en mg/l, frente a ml de simiente tendría que ser una línea recta, cuya pendiente corresponde a la depleción de OD por ml de simiente. La intersección del eje OD es la depleción de OD causada por el

agua de dilución y debe ser menor a 0,1 mg/l. Para determinar la captación de OD de una muestra se resta la captación de OD de la simiente de la captación de OD total. En el agua de dilución debe oscilar entre 0,6 y 1,0 mg/l.

e. Pretratamiento de la muestra:

1. Muestras con alcalinidad cáustica o acidez: Neutralícese las muestras un a pH entre 6,5 a 7,5 con solución de ácido sulfúrico o de hidróxido de sodio de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra más de 0,5%. El pH del agua de dilución sembrada no debería verse afectado por la menor dilución de la muestra.
2. Muestras que contengan cloro residual: Si es posible evítese las muestras que contenga cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, siémbrese el agua de dilución. Si hay cloro residual, elimínese el cloro de la muestra y siémbrese el agua de dilución. No ensayar las muestras cloradas/descloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras, el cloro desaparecerá en el plazo de 1 a 2 horas después de su exposición a la luz. Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de al muestra. Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipa en un tiempo corto razonable, destrúyase el cloro residual añadiendo solución de Na_2SO_3 . Determinése el volumen de Na_2SO_3 requerida en una fracción de 100 a 1000 ml de muestra neutralizada añadiendo 10ml de 1+1 ác. Acético o 1 + 50 ác. Sulfúrico, 10ml de solución de yoduro de potasio (al 10%), y titulando con solución de Na_2SO_3 hasta punto final de almidón-yodo para el residuo. Añádase a la muestra neutralizada el volumen relativo de la solución de tiosulfato determinada por la prueba anterior, mézclese y después de 10 a 20 minutos, compruébese el cloro residual de la muestra. (NOTA: el exceso de Na_2SO_3 ejerce un requerimiento de oxígeno y reacciona lentamente con ciertos compuestos de cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en las muestras cloradas)
3. Muestras que contienen sustancias tóxicas: Ciertos residuos industriales, por ejemplo, los residuos resultados del plateado, condenen metales tóxicos. Tales muestras requieren un estudio y tratamiento especial.



4. Muestras supersaturadas de OD: En aguas frías, o en aguas donde se produce la fotosíntesis, es posible encontrar muestras que contienen más de 9 mg OD/l a 20 °C. Para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, redúzcase el OD hasta la saturación a 20 °C calentando la muestra aproximadamente 20 °C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio, filtrado y comprimido.
5. Ajuste de la temperatura de la muestra: Póngase la muestra a 20 ± 1°C antes de hacer diluciones.
6. Inhibición de la nitrificación: Si desea Inhibir la nitrificación, añádase 3mg de 2-cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP) a cada frasco de 300 ml antes de taparlos o añádase una cantidad suficiente al agua de dilución para obtener una concentración final de 10mg/l. (Nota: es probable que el TCMP puro se disuelva lentamente y puede que flote en la capa superior de la muestra. Algunas fórmulas comerciales se disuelven mejor pero no son TCMP al 100%; ajústese la dosificación en consecuencia). Entre las muestras que requieren inhibición de nitrificación tenemos: los efluentes tratados biológicamente, las muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente, y las aguas fluviales. (se debe reportar en el informe la inhibición de nitrificación)
- f. Técnica de dilución: las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 1mg/l y una captación de OD de al menos 2mg/l después de 5 días de incubación producen los resultados más fiables. Hágase varias diluciones de la muestra preparada para obtener captaciones de OD en dicho intervalo. La experimentación con una muestra concreta permitirá el uso de un número menor de diluciones. Un análisis más rápido, tal como DQO, presenta una correlación aproximada con la DBO y permite la selección de diluciones. En ausencia de datos previos, utilice las siguientes diluciones: 0,0 a 1,0 por 100 para los residuos industriales fuertes, 1 a 5 por 100 para aguas residuales depuradas y brutas, del 5 al 25 por 100 para el efluente tratado biológicamente, y del 25 al 100 por 100 para las aguas fluviales contaminadas.

Prepárense las diluciones en probetas y pásense después a frascos de DBO, o prepárense directamente en frascos de DBO. Cualquier método de dilución puede combinarse con cualquier técnica de



determinación de OD. El número de frascos que se preparen de cada dilución depende de la técnica OD y del número de duplicados deseados.

Cuando se utilizan probetas para preparar las diluciones y es necesario sembrar, añádase la simiente directamente al agua de dilución o a las probetas individuales antes de diluir. La siembra de las probetas evita una disminución de la proporción de la simiente con respecto a la muestra a medida que se hacen diluciones mayores. Cuando estas se preparan en los frascos de DBO y es necesario sembrar, añádase la simiente directamente al agua al agua de dilución o a los frascos DBO.

1. Diluciones preparadas en probetas: Si se utiliza la modificación de azida del método de titulación yodométrico, añádase agua de dilución, sembrada si es necesario, por medio de un sifón y con cuidado, en una probeta de 1 a 2 l de capacidad. Llénese hasta la mitad si n arrastra aire. Añádase la cantidad deseada de muestra mezclada con sumo cuidado y dilúyase hasta el nivel apropiado con agua de dilución. Mézclase bien con una varilla mezcladora de tipo émbolo; evítase la entrada de aire. Introdúzcase la dilución mezclada por medio de un sifón, en dos frascos de DBO. Determínese el OD inicial en uno de dichos frascos. Tápese el segundo frasco herméticamente, con un sello hidráulico, e incúbese durante 5 días a 20 °C. Si se utiliza el método del electrodo de membrana para determinar OD, viértase la mezcla de dilución en un frasco de DBO por medio de un sifón. Determínese el OD inicial de este frasco y reemplácese cualquier volumen desplazado con dilución de la muestra hasta llenar el frasco. Tápese herméticamente con un sello hidráulico e incúbese durante 5 días a 20 °C.
2. Diluciones preparadas directamente en frasco de DBO: Utilizando una pipeta volumétrica de boca ancha, añádase el volumen de muestra deseado a frascos de DBO individuales de capacidad conocida. Añádase cantidades adecuadas del material de siembra a los frascos DBO individuales o al agua de dilución. Llénense los frascos con suficiente agua de dilución, sembrada si es necesario, de forma que la inserción del tapón desplace todo el aire, sin dejar burbujas. Para diluciones mayores de 1:100 hágase una primera dilución en una probeta antes de hacer la dilución final en el frasco. Cuando se utilizan los métodos yodométricos de titulación para medir el OD, prepárense dos frascos de cada una de las soluciones.

Determinese el OD inicial en un frasco. Ajustese herméticamente el tapón del segundo frasco, póngase un sello hidráulico, e incúbese durante 5 días a 20 °C. Si se utiliza el método de electrodo de membrana para medir el OD, prepárese solo una botella de DBO de cada dilución. Determinese el OD inicial de este frasco y desplácese cualquier volumen desalojado con agua de dilución hasta llenarlo. Cierre herméticamente, con cierre hidráulico, e incúbese durante 5 días a 20 °C. aclárese el electrodo OD entre las determinaciones para evitar la contaminación cruzada de las muestras.

- g. Determinación del oxígeno Inicial: Si las muestras contienen materiales que reaccionan muy de prisa con el OD, determinese el OD inmediatamente después de llenar el frasco DBO con muestra diluida. Si la captación rápida inicial de OD es insignificante, el tiempo transcurrido entre la preparación de la dilución y la de la terminación del OD no es crítico. Utilícese la modificación azida del método yodométrico o el método del electrodo de membrana para determinar el OD inicial en todas las diluciones de la muestra, los blancos de dilución y, cuando se apropiado, los controles de simiente.
- h. Blanco del agua de dilución: Empléese un blanco del agua de dilución como control de la calidad del agua de dilución no sembrada y la limpieza de los frascos de incubación. Junto con cada lote de muestras, incube un blanco de agua de dilución no sembrada. Determine el OD inicial y final, la captación de OD no deberá ser mayor de 0,2 mg/l y preferiblemente no superior a 0,1 mg/l.
- i. Incubación: incúbese a 20°C \pm 1 °C los frascos de DBO que contengan las diluciones deseadas, los controles de simiente, los blancos de agua de dilución, y los controles de glucosa ácido glutámico. Sellar los frascos como se describe en el apartado 6.
- j. Determinación del oxígeno final: Luego de 5 días de incubación, determine el OD en las diluciones de la muestra, en los controles, como en el punto 7.

5. Cálculos:

a. Cuando el agua de dilución no es sembrada

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

b. Agua de dilución Sembrada

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) * f}{P}$$

D₁: OD inicial en la muestra diluida

D₂: OD final en la muestra diluida

P: Fracción volumétrica decimal de muestra usada

B₁: OD del control de simiente antes de la incubación (mg/L)

B₂: OD del control del simiente después de la incubación (mg/L)

F: Proporción de la simiente en la muestra diluida con respecto a la del control de simiente.

$$f = \frac{\% \text{ de simiente en muestra diluida}}{\% \text{ simiente en control de simiente}}$$

Si añade directamente la simiente a la muestra o a la botella control del simiente:

$$f = \frac{\text{Volumen de simiente en muestra diluida}}{\text{Volumen de simiente en control de simiente}}$$

Si se inhibe la nitrificación exprese los resultados como DBOC₅.

Si más de una dilución de la muestra cumple los criterios de un OD residual de al menos 1 mg/l y una depleción de OD de al menos 2 mg/l, y no hay evidencia de toxicidad a concentraciones de muestra mayores o de error obvio, hállese el promedio de los resultados que encajan en el intervalo aceptable.

No es necesario hacer corrección para la captación de OD por el blanco de agua de dilución, si se cumple con lo expuesto en el numeral 8. Si el agua no cumple estos criterios, es difícil hacer correcciones y los resultados pueden ser cuestionables.

6. Precisión y sesgo.

No hay determinación que permita establecer el sesgo del procedimiento de la DBO. El control de glucosa-ácido glutámico, está pensado como un punto de referencia para la evaluación de la calidad del agua de dilución, de la eficiencia de la simiente, y de la técnica analítica. Pruebas realizadas en un solo laboratorio, utilizando una solución mixta de 300 mg/l de glucosa-ácido glutámico, proporcionaron los siguientes resultados:

Número de meses: 14

Número de Triplicados: 421

Promedio de recuperación mensual: 204 mg/l

Desviación estándar del promedio mensual: 10,4 mg/l

En una serie de estudios cruzados entre laboratorios, en cada uno de los cuales intervinieron de 2 a 112 laboratorios (e igual número de analistas y de fuentes de simiente), se hicieron medidas de DBO de 5 días en muestras de agua sintética que contenía una mezcla de 1:1 de glucosa y ácido glutámico en el intervalo de concentraciones totales de 3,3 a 231 mg/l. Las ecuaciones de regresión para el valor medio, X , y la desviación estándar, S , de estos estudios fueron:

$$X = 0,658 (\text{nivel añadido, mg/l}) + 0,280 \text{ mg/l}$$

$$S = 0,100 (\text{nivel añadido, mg/l}) + 0,547 \text{ mg/l.}$$

Para el estándar primario mixto de 300 mg/l, la DBO promedio de 5 días sería 198 mg/l con una desviación estándar de 30,5 mg/l.

- a. Límites control: Debido a los muchos factores que afectan a las pruebas de DBO en los estudios en los que intervienen múltiples laboratorios y, en consecuencia, a la extrema variabilidad obtenida en los resultados de la prueba, se recomienda una desviación estándar, determinada por pruebas interlaboratorios, como un límite control para los laboratorios individuales. O, de forma alternativa, el establecimiento, para cada laboratorio, de sus propios límites control realizando como un mínimo de 25 comprobaciones glucosa-ácido glutámico durante un periodo de varias semanas o meses, y calculando la media y la desviación estándar. Utilícese la media \pm 3 desviaciones estándar como límite control para la comprobaciones glucosa-ácido glutámico. Compárese los límites control calculados en las pruebas de un solo laboratorio presentada antes en los resultados interlaboratorio. Si

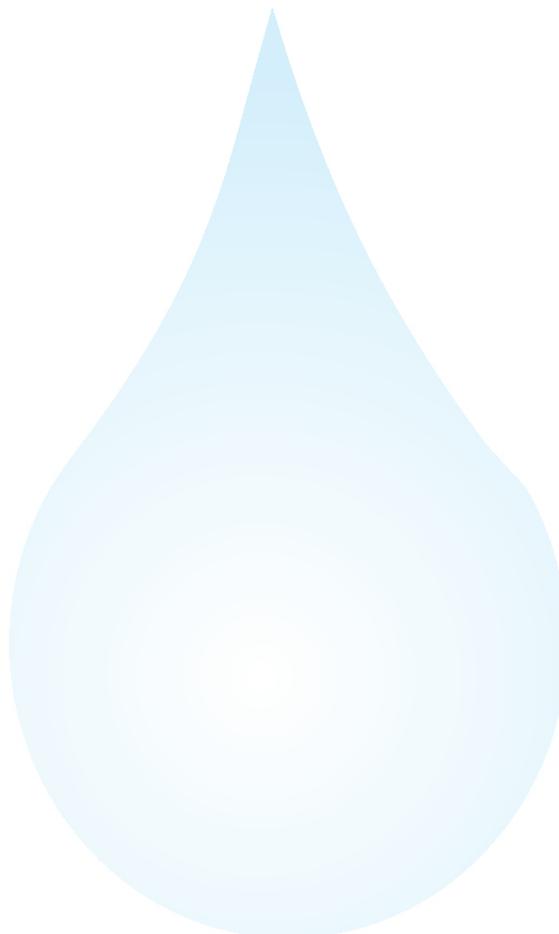


los límites control están fuera del rango de $198 \rho 30,5$, vuélvase a evaluar e investigúese la fuente del problema. Si la DBO medido para una comprobación glucosa-ácido glutámico está fuera del intervalo del límite control aceptados, rechácese las pruebas hechas con ese simiente y esa agua de dilución.

- b. Intervalo de funcionamiento y límite de detección: el intervalo de funcionamiento es igual a la diferencia entre el OD inicial máximo (7 a 9 mg/l) y el OD residual mínimo de 1 mg/l multiplicado por el factor de dilución. Se establece un límite de detección inferior de 2 mg/l para una depleción de OD mínima de 2 mg/l.

Bibliografía

□ Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Pureba de ROB de 5 días, Método 5210-B.



8. DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO)

Reflujo cerrado, método titulométrico.

1. Discusión general

a. Principio: La mayor parte de la materia orgánica resulta oxidada por una mezcla de los ácidos crómico y sulfúrico. Se somete a reflujo una muestra en una muestra en una solución ácida fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión, el $K_2Cr_2O_7$ no reducido que quede se determina con sulfato de amonio ferroso para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ consumido y calcular la materia orgánica oxidable en términos de equivalente de oxígeno. Manténganse constantes las proporciones de pesos de reactivos, de volúmenes y de concentraciones cuando se utilicen volúmenes de muestras distintos de 50 ml. El tiempo estándar de reflujo de 2 horas puede reducirse si se ha demostrado que un período más corto produce los mismos resultados.

Interferentes y limitaciones: los compuestos orgánicos volátiles resultan más oxidados en el sistema en el sistema oxidado debido al mayor tiempo de contacto con el oxidante. Antes de usarlos cada vez, inspecciónense los tapones de los tubos de cultivo en busca de grietas en el revestimiento de TFE. Selecciónese el tamaño del tubo de cultivo para el grado de sensibilidad deseado. Utilícese el tubo de 25x150 mm para los muestras con bajo DQO porque permiten tratar un volumen mayor de la muestra.

2. Instrumental

- Vasos de digestión
- Bloque de calentamiento
- Horno o calentador de bloque
- Sellador de la ampolla.

3. Reactivos

- Solución de digestión de dicromato de potasio patrón 0,0167M: añádase a unos 500 ml de agua destilada 4,913 g de $K_2Cr_2O_7$, calidad para reactivos primaria, previamente secados a 103 °C durante 2 horas, 167 ml de H_2SO_4 conc. y 33,3 g de $HgSO_4$. disuélvase, enfríese a temperatura ambiente y dilúyase hasta 1000ml.

- Reactivo ácido sulfúrico: Añádase Ag_2SO_4 , de calidad para reactivo, en cristales o en polvo, a H_2SO_4 conc. en la proporción de 5,5 g de Ag_2SO_4 /kg de H_2SO_4 . Déjese reposar de 1 a 2 días para disolver Ag_2SO_4 .
- Solución indicadora de ferroína: Disuélvase 1,485 g de 1,10-fenantrolina mono hidrato y 0,695 g de $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ en agua destilada y dilúyase hasta 100 ml.
- Sulfato de amonio ferroso (FAS) patrón para titulación, aproximadamente 0,10M: Disuélvase 39,2 g de $Fe(NH_4)_2(SO_4) \cdot 2.6H_2O$ en agua destilada. Añádase 20 ml de H_2SO_4 conc. enfríese y dilúyase a 1 l. Estandarícese la solución a diario frente a la solución de digestión patrón de $K_2Cr_2O_7$, como sigue:
Añádase los reactivos de acuerdo con la tabla 4. A un tubo de cultivo que contenga el volumen correcto de agua destilada sustituido por la muestra. Enfríese el tubo a temperatura ambiente y añádase 1 o 2 gotas de indicador de ferroína y titúlese con la solución de titulación se FAS.

$$\text{Molaridad del FAS} = \frac{V_{K_2Cr_2O_7} * 0,0167M}{V_{FAS}} * 0,10$$

- Ácido sulfámico: Necesario solo si debe eliminarse la interferencia por nitritos. (añádase 10mg de ácido sulfámico por cada mg de NO_2-N presente en el volumen de muestra utilizada; añádase la misma cantidad de ácido sulfámico al vaso de reflujo que contenga el blanco de agua destilada)
- Patrón de Ftalato de Hidrógeno de potasio: tritúrese ligeramente y luego séquese el ftalato de hidrógeno de potasio ($HOOC_6H_4COOK$) a peso constante a $120^\circ C$. Disuélvase 0,425 g en agua destilada y dilúyase a 1 l. EL FHP tiene una DQO teórica de 1,176 mg O_2 /mg y esta solución tiene una DQO teórica de 500 μg O_2 /ml. Es estable hasta 3 meses cuando se congela en ausencia de crecimiento biológico visible.

Tabla 4. Cantidades de muestra y reactivos para varios vasos de digestión.

Vasos de digestión		Muestra ml	Solución de digestión ml	Reactivo ácido sulfúrico ml	Volumen total final ml
Tubos de cultivo	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
Ampollas estándar de 10 ml		2,5	1,5	3,5	7,5

4. Procedimiento

Lávense los tubos de cultivo y los tapones con H₂SO₄ al 20% antes de usarlos por primera vez para evitar la contaminación. Consúltese la tabla 4 para los volúmenes adecuados de reactivos y muestra. Colóquese la muestra en el tubo de cultivo o en la ampolleta y añádase la solución de digestión. Viértase con cuidado el ácido sulfúrico en el vaso, de forma que se cree una capa de ácido debajo de la capa de solución de digestión de la muestra. Apriétese bien el tapón de los tubos o ciérrese bien las ampollas, e inviértanse varias veces cada uno de ellos para mezclar completamente.

Precaución: Utilice máscara y protéjase las manos del calor producido cuando se mezcla el contenido del vaso. Mézclese por completo antes de aplicar calor para evitar el calentamiento local del fondo del vaso y una posible reacción explosiva.

Colóquese los tubos o las ampolletas en un digestor de bloque o un horno precalentado a 150°C y sométase a reflujo durante 2 horas. Enfríese a temperatura ambiente y colóquese los vasos en la rejilla de tubos de ensayo. Quítense los tapones de los tubos de cultivo y añádase una varilla de agitación magnética cubierta de TFE. Si se han utilizado ampollas, pásese el contenido a un vaso más grande para titulación. Añádase 1 o 2 gotas de indicador ferroina y agítase rápidamente en un agitador magnético mientras se titula con SAF 0,10M. El punto final es un marcado cambio de color de azul verdoso al marrón rojizo, aunque el azul verdoso puede volver a aparecer en pocos minutos. De la misma forma sométase a reflujo y titúlese un

blanco que contenga los reactivos y un volumen de agua destilada igual al de la muestra.

5. Cálculo

$$DQO \text{ mgO}_2 / l = \frac{(A - B) * M * 8.000}{\text{ml de muestra}}$$

Dónde:

A= ml de FAS utilizados para el blanco.

B= ml de FAS utilizados para la muestra.

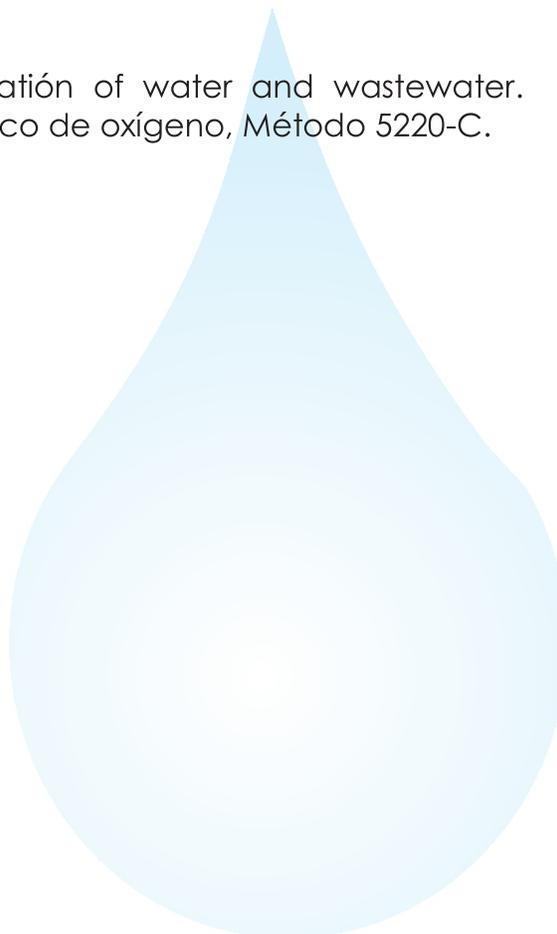
M= Molaridad del FAS.

6. Precisión y sesgo

Seis laboratorios ensayaron 60 muestras sintéticas que contenían ftalato hidrógeno de potasio y NaCl. A una DQO promedio de 195 mg O₂/l en ausencia de cloruro, la desviación estándar era de + 11 mg O₂/l (coeficiente de variación, 5,6%). A una DQO promedio de 208 mg O₂/l y 100 mg Cl⁻/l, la desviación estándar era ρ 10 mg O₂/l (coeficiente de variación, 4,8%).

Bibliografía

Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16.. 1985 Requerimiento químico de oxígeno, Método 5220-C.



9. GRASAS Y ACEITES.

Introducción

En la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Más bien, se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en triclorotrifluoroetano. "Aceite y Grasa" es cualquier material recuperado como sustancia soluble en triclorotrifluoroetano. Incluye otros materiales extraídos por el disolvente de una muestra acidificada (tales como los compuestos de azufre, ciertos tintes orgánicos, y la clorofila) y no volatilizados durante la prueba. Es importante que esta limitación se entienda con toda claridad. A diferencia de algunos componentes que representan elementos químicos, iones, compuestos o grupos de compuestos concretos, los aceites y las grasas se definen por el método utilizado para su determinación.

Los métodos presentados aquí son adecuados para los lípidos biológicos y los hidrocarburos minerales. Pueden ser también apropiados para la mayoría de las aguas residuales industriales o los efluentes tratados que contengan estos materiales, aunque la complejidad de la muestra puede dar resultados bajos o altos debido a la ausencia de especificidad analítica. El método no es aplicable para medir fracciones de bajo punto de ebullición que volatilizan a temperatura por debajo de 70°C.

1. Significado.

Ciertos componentes medidos por análisis de aceite y grasa pueden influir en los sistemas de tratamiento de las aguas residuales. Si se presentan en cantidades excesivas, pueden interferir con los procesos biológicos aerobios y anaerobios y llevar a reducir la eficiencia del tratamiento de las aguas residuales. Cuando son arrojados a las aguas residuales o al os efluentes tratados, pueden crear películas de superficie y depósitos de borde de playa que llevan a la degradación del ambiente.

Es útil conocer la cantidad de aceite y grasa presente, para el diseño y el funcionamiento adecuado de sistemas de tratamiento de aguas residuales y puede llamar también la atención de ciertas dificultades de tratamiento.

2. Selección del método.

Para las muestras líquidas, se presenta dos métodos: método de partición gravimétrica y método Soxhlet. Este último es el método de elección cuando hay fracciones relativamente polares, de petróleo pesado, o cuando los niveles de grasas no volátiles pueden amenazar el límite de solubilidad del disolvente. Para los niveles bajos de aceites y grasas (<10 mg/l), el método de partición infrarrojo es el de elección ya que los métodos gravimétricos no proporcionan la precisión necesaria.

3. Toma de muestra y almacenamiento.

Recójase una muestra representativa en una botella de cristal de boca ancha que haya sido aclarada con el disolvente para eliminar cualquier película de detergente, y acidúlese en el frasco de muestra. Recójase una muestra separada para hacer una determinación de grasas y aceites y no subdividir en el laboratorio. Cuando se requiera información sobre la concentración de grasa promedio durante un periodo largo, examínese las fracciones individuales recogidas en los intervalos de tiempo prescritos para eliminar pérdida de grasa en el equipo de toma de muestra durante la recogida de una muestra compuesta.

En cuanto a la toma de muestra de lodo, tómesese todas las precauciones para obtener una muestra representativa. Cuando el análisis no puede realizarse inmediatamente, consérvese las muestras con 1 ml de HCl con/80g de muestra. No hay que conservar nunca las muestras con CHCl_3 o con benzoato de sodio.

9.1 METODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTICA

1. Discusión general.

- a. Principio: el aceite o la grasa disuelta o emulsionada es extraída del agua por íntimo contacto con el triclorotrifluoroetano. Algunas grasas y ácidos grasos especialmente no saturados, extraíbles, se oxidan con rapidez; en consecuencia, se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapores del disolvente para reducir este efecto.
- b. Interferencias: El triclorotrifluoroetano tiene la capacidad de disolver no sólo aceites y grasas sino también otras sustancias orgánicas. Ningún disolvente conocido disolverá de forma

selectiva sólo aceites y grasas. La eliminación del disolvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromáticos sencillos por volatilización. En este proceso se pierden cantidades significativas de destilados del petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible nº 2. Además, los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de los minerales que no son extraíbles con el disolvente.

4. Instrumental.

- a. Embudo de separación: 1 l, con llave de paso de TFE.
- b. Matraz de destilación: 125 ml
- c. Baño de agua.
- d. Papel de filtro: diámetro 11 cm (Whatman nº40 o equivalente)

5. Reactivos.

- a. Ácido clorhídrico, 1+1
- b. Triclorotrifluoroetano (Freón o equivalente): (1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano), puro de ebullición 47°C. El disolvente no debe dejar residuos medibles al evaporar; destílese si es necesario. No se debe emplear tubos de plástico para transferir el disolvente entre los envases.
- c. Sulfato de sodio, Na_2SO_4 , cristal anhidro.

6. Procedimiento.

Recójase una muestra de un litro y márquese el nivel de la muestra en la botella para determinar después el volumen de la muestra. Acidifíquese hasta pH 2 o inferior; en general 5 ml de HCl es suficiente. Pásese a un embudo de separación. Aclárese con cuidado la botella de muestra con 30 ml de triclorotrifluoroetano y añádase los lavados de disolvente al embudo de separación. Es preferible agitar vigorosamente durante 2 minutos. Sin embargo, si se sospecha que se formará una emulsión estable, agítese con suavidad durante 5 a 10 minutos. Déjese que se separen las capas. Drénese la capa de disolvente a través del embudo que contenga papel de filtro humedecido con el disolvente en un matraz de destilación limpio y tarado. Si no es posible obtener una capa clara de disolvente, añádase 1g de Na_2SO_4 si es necesario. Hágase 2 extracciones más con 30 ml de disolvente cada vez pero aclárese primero el envase de la muestra con cada fracción del disolvente. Combínese los extractos en el matraz de destilación tarado y lávese el papel de filtro con unos 10 a 20 ml de disolvente. Destílese el disolvente del matraz de

destilación en un baño de agua a 70°C. Colóquese durante 15 minutos y extráigase aire a su través aplicando el vacío durante el minuto final. Enfríese en un desecador durante 30 minutos y pésese.

7. Cálculo.

Si el disolvente orgánico está libre de residuos, la ganancia de peso del matraz de destilación tarado se debe principalmente al aceite y la grasa. La ganancia total de peso, A, del matraz tarado menos el residuo calculado, B, del blanco del disolvente es la cantidad de aceite y grasa de la muestra:

$$\text{Grasasy Aceites(mg/L)} = \frac{(A-B) * 1000}{ml\ de\ muestra}$$

8. Precisión y sesgo.

El método fue ensayado por un solo laboratorio en una muestra de agua cloacal. Por este método la concentración de aceite y grasa fue de 12,6 mg/l. cuando se dosificaron fracciones de 1l de aguas cloacales con 14 mg de una mezcla de aceite combustible nº 2 y aceite Wesson, la recuperación de los aceites añadidos fue de 93% con una desviación estándar de 0,9 mg.

9.2 MÉTODO EXTRACCIÓN DE SOXHLET

1. discusión general.

- a. Principio: los jabones metálicos solubles son hidrolizados por acidificación. Sólo los aceites y las grasas sólidas o viscosas presentes se separan en las muestras líquidas por filtración. Después de la extracción en un aparato Soxholet con triclorotrifluoroetano, se pesa el residuo que queda después de la evaporación del disolvente para determinar el contenido en aceite y grasa. Los compuestos que volatilizan a, o por debajo de, 103 °C se perderán cuando se seque el filtro.
- b. Interferencia: El método es completamente empírico y puede obtenerse resultados duplicados sólo con ajustes de forma estricta a todos los detalles. Por definición, cualquier material recuperado es aceite y grasa, por lo cual cualquier sustancia soluble en triclorotrifluoroetano filtrable, tal como el elemento azufre y ciertos

tintes orgánicos, serán extraídos como aceite y grasa. La velocidad y el tiempo de extracción en el aparato Soxholet debe ser exactamente lo especificado debido a la variable solubilidad de las diferentes grasas. Además, la duración del tiempo requerido para secar y enfriar el material extraído no puede ser alterada. Puede que haya un incremento gradual en el peso, debido presumiblemente a la absorción de oxígeno, y/o una pérdida gradual de peso debida a la volatilización.

2. Instrumentos.

- a. Aparato de extracción: Soxholet.
- b. Bomba de vacío: U otra fuente de vacío.
- c. Embudo Buchner: 12 cm
- d. Funda de calentamiento electrico.
- e. Dedal de extracción: 11 cm de diámetro. (Whatman nº 40 o equivalente)
- f. Disco de muselina: 11 cm de diámetro.

3. Reactivos.

- a. Ácido clorhídrico 1+1
- b. Triclorotrifluoroetano.
- c. Suspensión de ayuda al filtro de sílice de diatomeas: 10g/l de agua destilada.

4. Procedimiento.

Tómese alrededor de 1 l de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y márchese el nivel de la muestra en la botella para determinar después el volumen de la muestra. Acidúlese a pH 2 o inferior; por lo general 5 ml de HCl es suficiente. Pásese un filtro que consista en un disco de muselina cubierto con papel de filtro. Humedezca el papel y la muselina y dóblese los bordes del papel. Utilizando el vacío, pásense 100ml de suspensión de ayuda al filtro a través del filtro y lavar con 1 l de agua destilada. Filtre la muestra acidificada. Aplíquese vacío hasta que no pase más agua por el filtro. Utilizando pinzas pásese el papel de filtro a un vidrio de reloj, añada material adherente a los bordes del disco de muselina. Enjuáguese los lados y el fondo del vaso de recogida y del embudo Buchner con trozos de papel de filtro empapado en disolvente, teniendo cuidado de extraer todas las películas causada por la grasa y recójase todo el material sólido. Añádanse todos los pedazos de papel de filtro al vidrio de reloj. Enrólese todo el papel de filtro que contenga muestra y encájese en

un dedal de extracción del papel. Añádase cualquier muestra de material que quede en el cristal de reloj. Enjuáguese el vidrio de reloj con un papel de filtro empapado en disolvente y colóquese en el dedal de extracción del papel. Séquese el dedal lleno en un horno de aire caliente a 103°C durante 30 minutos. Llénese el dedal con lana de vidrio o pequeñas cuentas de vidrio. Pésese el matraz de extracción. Extráigase el aceite y la grasa en un aparato Soxhlet, utilizando triclorotrifluoroetano a una velocidad de 20 ciclos/h durante 4 horas. Regúlese el tiempo desde el primer ciclo. Destílese el disolvente del matraz de extracción en un baño de agua a 70°C. Colóquese el matraz en baño maría a 70°C durante 15 minutos y arrástrese el aire a su través aplicando el vacío durante el último minuto. Enfríese en un desecador durante 30 minutos y pésese.

5. Cálculo.

$$\text{Grasas y Aceites (mg/L)} = \frac{(A-B) * 1000}{\text{ml de muestra}}$$

6. Precisión y sesgo

Por este método la concentración de aceite y grasa fue de 14.8 mg/l. cuando se dosificaron fracciones de 1l de aguas cloacales con 14 mg de una mezcla de aceite combustible nº 2 y aceite Wesson, la recuperación de los aceites añadidos fue del 88% con una desviación estándar de 1,1 mg.

Bibliografía

Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación Grasas y aceites, Métodos 5520 B/D.

NOMBRE: Maury A. Sanchez

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

CARGO

CARGO: Coordinador LAUS

CARGO: Coordinador LAUS

ELABORO

REVISO

APROBO

CONTENIDO

1. TOMA Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA (1060)	3
1.2 TOMA DE MUESTRAS.	10
1.3 CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA	15
2. TEMPERATURA	19
MÉTODO DE LABORATORIO Y DE CAMPO	19
3. POTENCIAL DE HIDROGENO – pH	21
4. CONDUCTIVIDAD	32
5. SÓLIDOS	39
5.1 SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103-105°C	42
5.2 SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS SECADOS A 180 °C	44
5.3 SÓLIDOS TOTALES EN SUSPENSIÓN SECADOS A 103-105 °C	47
5.4 SÓLIDOS FIJOS Y VOLATILES INCINERADOS A 550°C.	50
5.5 SÓLIDOS SEDIMENTABLES	52
6. OXIGENO DISUELTO (OD)	54
6.1 MÉTODO YODOMÉTRICO	54
6.2 MODIFICACIÓN DE AZIDA.	56
6.3 METODO ELECTRODO DE MEMBRANA	59
7. DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)	64
8. DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO)	76
9. GRASAS Y ACEITES.	80
9.1 METODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTICA	81
9.2 MÉTODO EXTRACCIÓN DE SOXHLET	83

1. TOMA Y CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA (1060)

Según viejo axioma, el resultado de cualquier determinación analítica no puede ser mejor que la muestra sobre la que se hace. No resulta práctico detallar aquí todos los procedimientos específicos de toma de muestras, dada la gran variedad de propósitos y métodos analíticos, por lo que al lado de cada uno de ellos aparecerá una información más concreta.

El objeto de la toma es la obtención de una porción de material cuyo volumen sea lo suficientemente pequeño como para que pueda ser transportado con facilidad y manipulado en el laboratorio sin que por ello deje de presentar con exactitud la materia de donde procede. Este objetivo implica que la proporción o concentración relativa de todos los componentes serán las mismas en las muestras que en el material de donde proceden, y que dichas muestras serán manejadas de tal forma que no se produzca alteraciones significativas en su composición antes de que se hagan las pruebas correspondientes.

La persona que recoge una muestra y la lleva a un laboratorio para realizar unas determinaciones específicas es responsable de su validez. Al trabajar con aguas limpias y residuales, el laboratorio suele dirigir u orientar el programa de la toma de muestras, que se determina tras consultar al destinatario de los resultados del análisis. Esta consulta es esencial para asegurar que la elección de las muestras y de los métodos analíticos proporcione una auténtica base para resolver los problemas que plantea la recogida de muestras.

1. Precauciones generales.

La obtención de una muestra que cumpla los requisitos del programa de toma y manipulación implica que aquella no debe deteriorarse o contaminarse antes de llegar al laboratorio. Antes de llenar el envase con la muestra hay que lavarlo dos o tres veces con el agua que se va a recoger, a menos que el envase contenga un conservante o un clorante. Según los análisis que deban realizarse, hay que llenar el envase por completo (en la mayoría de los análisis orgánicos), o dejar un espacio vacío para aireación, mezcla, etc. (análisis microbiológico). En el caso de muestras que hayan de ser transportadas, lo mejor es dejar un espacio de alrededor del 1% de la capacidad del envase para permitir la expansión térmica.

En las muestras que contienen compuestos orgánicos y vestigios metálicos hay que tomar precauciones especiales. Teniendo en cuenta que muchos de sus componentes pueden tener unas concentraciones de algunos microgramos por litro, cabe la posibilidad de que se pierdan total o parcialmente si la recogida es defectuosa o no se toman las precauciones necesarias para su conservación.

En algunos casos, solo pueden obtenerse muestras representativas si se hacen mezclas de varias tomas obtenidas a lo largo de un determinado periodo o en muchos puntos distintos de recogida. Los detalles de la toma de muestras varían mucho según las condiciones locales, y no pueden hacerse recomendaciones específicas que sean de aplicación universal. A veces proporciona más información analizar numerosas muestras en lugar de una sola, ya que de este modo no se pierden los valores máximos y mínimos.

La toma debe realizarse con cuidado, al objeto de garantizar que el resultado analítico represente la composición real. Entre los principales factores que influyen sobre los resultados se encuentran la presencia de materia suspendida o turbidez, el método elegido para la recogida y los cambios físicos y químicos producidos por la conservación o la aireación. Es necesario tomar precauciones cuando en el procesado de muestras (división, mezcla, separación, filtrado) se han de analizar componentes residuales, sobre todo metálicos y compuestos orgánicos. Algunos análisis, en especial el de plomo, pueden quedar invalidados por alguna contaminación producida durante el procesado. Hay que tratar cada muestra de forma individual según las sustancias a analizar, cantidad y naturaleza de la turbidez existente y otras condiciones que puedan influir en los resultados.

No resulta práctico proporcionar directrices que abarquen todas las situaciones, pudiéndose dejar al juicio del analista la elección de la técnica idónea para conseguir que la muestra recogida sea homogénea. En general, se separa toda cantidad significativa de materia suspendida mediante decantación, centrifugación o filtración adecuada. A menudo es posible tolerar un grado pequeño de turbidez si se sabe por experiencia que ellos no interferirán en los análisis gravimétricos o volumétricos que se puede corregirse sus efectos sobre los análisis colorimétricos sobre los que potencialmente podría ejercer mayor interferencias. Si la turbidez es notable, hay que

decidir si se filtra o no la muestra para medir la cantidad total de un componente, no hay que eliminar los sólidos suspendidos, si no tratarlo de forma adecuada.

Hay que hacer un registro de todas las muestras identificadas cada envase, preferiblemente pegando una chapa o etiqueta debidamente señalada. Hay que registrar una información suficiente de manera que se pueda realizar una identificación positiva de la muestra en fechas posteriores y en esta información debe constar el nombre de quien ha hecho la toma, la fecha, la hora y la localización exacta, la temperatura del agua y cualquier otro dato que pueda resultar necesario para establecer relación, como condiciones meteorológicas, el nivel del agua, la velocidad de la corriente, la manipulación de la recogida, entre otros. La etiqueta debe tener espacio suficiente para que pueda ponerse las iniciales de todo lo que asume la custodia de la muestra y para la fecha y el momento del envío al solicitarse. Hay que fijar los puntos de recogida mediante una descripción detallada, con mapa o con la utilización de postes, boyas o mojones que permitan su identificación por otras personas sin que estas tengan que recurrir a la memoria de quien realizó la toma o tengan que ser guiada al lugar. En los casos en que se prevea la utilización de los resultados de los análisis en litigios deberán utilizarse procedimientos formales de "cadena de custodia", en los cuales se describa el historial de la muestra desde su toma hasta el informe final.

Las muestras calientes recogidas a presión se deberán ser enfriadas mientras se mantienen aún en dicha presión.

Antes de recoger muestras de un sistema de abastecimiento hay que dejar que el agua corra por las tuberías al objeto de asegurar que la muestra es representativa del suministro teniendo en cuenta el diámetro y la longitud de la conducción y de la velocidad del flujo.

La recogida de muestras de un pozo se hará después de haber bombeado una cantidad suficiente como para asegurar representa al agua del subsuelo. A veces es necesario bombear a una velocidad determinada para conseguir un descenso de nivel que permita determinar la zona de donde proviene el aporte al pozo. Se registrará la velocidad del bombeo y el descenso del nivel. Cuando se analizan muestras recogidas de un río o arroyo, los resultados pueden variar según la profundidad, la velocidad de la corriente, la distancia de la orilla y la separación entre ambas orillas; si se dispone del equipo adecuado se hará una toma "integral" desde la superficie al fondo en la zona media de la corriente o de un lado al otro a una

profundidad media, de forma que la muestra sea integrada en relación con el flujo. Si sólo se hace una toma pequeña, se hará en el centro de la corriente a una profundidad media.

Los lagos y pantanos presentan considerables variaciones debidas a causas normales, como la estratificación estacional, la cantidad de lluvia caída el desagüe y el viento. La elección del lugar, la profundidad y la frecuencia de las tomas de muestras se harán dependiendo de la condiciones locales y del objetivo del estudio. En cualquier caso se evitará la espuma superficial.

Para determinado componente es muy importante el lugar en el que se recoge la muestra hay que evitar las áreas de turbulencia excesiva, a causa de la posible pérdida de componentes volátiles y presencia de material tóxico. No hay que recoger muestras en vertederos, ya que su localización tiende a favorecer la obtención de compuestos no miscibles más ligeros que el agua. En general, la toma se hará bajo la superficie en áreas tranquilas. Si se necesita muestra mezclada, hay que tener cuidado de que al hacer la mezcla no se pierda los componentes de la misma a causa de una manipulación inadecuada de la parte que se está combinando. Por ejemplo, el vertido casual de las muestras en lugar de la adición de unas a otras mediante un sifón sumergido puede dar lugar a una volatilización innecesaria. Cuando sea preciso, se refrigerará la muestra para minimizar la volatilización.

Utilice sólo muestras representativa (o recogida según el programa de toma de muestra) para hacer los análisis. La gran cantidad de condiciones bajo las cuales han de hacerse la toma hacen que resulte imposible recomendar un procedimiento único. En general, hay que tener en cuenta las pruebas o análisis que se vayan a realizar y el fin para el que se requieren los resultados.

2. Consideraciones sobre seguridad

Habida cuenta que los componentes de la muestra pueden ser tóxicos, durante la toma y la manipulación de las mismas hay que adoptar la precaución adecuada las sustancias tóxicas pueden penetrar a través de la piel y, en el caso de los vapores, a través de los pulmones. Pude producir se una ingestión accidental mediante un contacto directo con los alimentos o por absorción de vapores por los mismos. Las precauciones pueden limitarse a llevar unos guantes o proveerse de batas, delantales u otros sistemas de protección.

Siempre hay que llevar una protección ocular. Cuando puedan existir vapores tóxicos la toma de la muestra solo se realizará en lugares bien ventilados o mediante el uso de un respirador o dispositivos a fines. En el laboratorio, los envases se han de abrir en una campana de gases, nunca deben colocarse alimentos cerca de las muestra o de los lugares de toma; lávese siempre las manos antes de manipular alimentos.

Si existe la posibilidad de hallar compuestos orgánicos inflamables, se tomarán las adecuadas precauciones. Quedará prohibido fumar cerca de las muestras, de los lugares de toma y del laboratorio. Manténgase alejada de las muestras y de los lugares de recogida las chispas, las llamas y las fuentes de calor excesivos. Evítese la acumulación de vapores inflamables en el refrigerador donde se conservan las muestras, pues los arcos eléctricos que se forman en los contactos del termostato, la luz de la puesta u otros componentes eléctricos pueden desencadenar un fuego o una explosión. Si se sospecha o se sabe que existe compuestos inflamables que han de ser refrigerados, se utilizará sólo refrigeradores especialmente diseñados a prueba de explosión.

Cuando existan dudas sobre la magnitud de las precauciones a adoptar, se consultará con un especialista en sanidad industrial que posea los conocimientos adecuados. Las muestras son contaminantes radiactivos requieren otras medida de seguridad, consúltese a un físico especializado en sanidad.

3. Tipos de muestras

- a.** Muestras de Sondeo: Estrictamente hablando, una muestra recogida en un lugar y un momento determinado sólo puede representar la composición de la fuente en ese momento y lugar sin embargo, cuando se sabe que una fuente es bastante constante en su composición durante un periodo considerable o a lo largo de distancia sustanciales en todas direcciones, puede decirse que en una muestra de dicha fuente representará un periodo de tiempo más largo o un volumen mayor o ambas cosas, con respecto al punto específico en el que fue recogida. En estas circunstancias, algunas fuentes pueden estar bien representadas por una simple muestra de sondeo. Es el caso de algunos suministros de agua, algunas aguas superficiales y, más raramente algunas corrientes de aguas residuales.

Cuando se sabe que una fuente varía con el tiempo, las muestras de sondeo regidas a intervalos adecuados y analizada por separado, puede mostrar la amplitud, la frecuencia y la duración de tales variaciones. Hay que hacer la recogida de la muestra teniendo en cuenta la frecuencia con que se separan estos cambios, lo que puede variar desde 5 minutos a una hora o más. Las variaciones estacionales de los sistemas naturales pueden exigir la realización de tomas a lo largo de meses. Cuando la composición de la fuente varía en el espacio y no en el tiempo, hay que hacer la toma de la muestra en los lugares adecuados.

Hay que tener gran cuidado al hacer tomas de muestra en aguas residuales impuras, a orillar lodosas y fangosas. No pueden recomendarse procedimientos definitivos pero es preciso adoptar todas las precauciones posibles para conseguir que las muestras sean representativas o se ajusten al programa de toma.

- b.** Muestras compuestas: En la mayoría de los casos, "la expresión compuestas" Se refiere a una mezcla de muestras sencillas recogidas en el mismo punto en distintos momentos. A veces se utiliza la expresión "compuesto tiempo" para distinguir este tipo de muestras de otros puntos las muestras compuestas tiempo son las más útiles para determinar las concentraciones medias que se han de utilizar por ejemplo para calcular la carga o la eficiencia de una planta de tratamiento de aguas residuales. Como alternativa al análisis separado de un gran número de muestras seguido de de la computarización de los resultados medios y totales, las muestras compuestas representan un ahorro sustancial de trabajo y gastos de laboratorio. Con este objeto se considera como estándar para la mayoría de los análisis una muestra compuesta que represente un periodo de 24 horas. Sin embargo en determinadas circunstancias puede resultar preferible una muestra compuesta que represente una desviación, un periodo más corto o el ciclo completo de una operación periódica. Para valorar los efectos de descarga y operaciones especiales como variables irregulares, han de recogerse muestras compuestas que representen los periodos en los que tienen lugar dichas circunstancias.

Para determinar componentes o características sujetas a cambios importantes e inevitables durante la conservación, no deben utilizarse muestras compuestas. Los análisis de este tipo se harán en

muestras individuales y lo más rápidamente posible después de su recogida, con frecuencia en el mismo lugar de la misma. Ejemplo de este tipo de análisis son los de todos los gases disueltos, el cloro residual, el sulfuro soluble, la temperatura y el pH. Los cambios en este tipo de componentes como el oxígeno o el dióxido de carbono disueltos, la temperatura o el pH, pueden producir alteraciones secundarias en otro componente inorgánico, como hierro, magnesio, alcalinidad o dureza. Solo se utilizarán muestras compuestas-tiempo por la valoración de componentes cuya inalterabilidad a las condiciones de toma y conservación de las muestras haya quedado comprobada.

Las porciones individuales se recogen en envases de abertura amplia con un diámetro de al menos 35 mm en la boca y con una capacidad de 120 ml como mínimo. Se recogen estas muestras cada hora (en algunos casos, cada media hora o incluso cada 5 minutos) y se mezcla una vez concluida la toma o se combina en una sola botella a medida que se van recogiendo, si se utilizan conservantes, esto se añadirá inmediatamente al envase de la muestra de forma que todas las porciones de la mezcla queden protegidas lo antes posible. A veces puede ser necesario analizar las muestras individuales.

Resulta conveniente, y a menudo esencial combinar las muestras individuales en volúmenes proporcionales al flujo. Un volumen individual de muestras de 2 a 3 litros es suficiente para analizar depuradoras, corrientes y aguas residuales.

Existen aparatos automáticos de toma de muestras pero no deben utilizarse a menos que se conserve las muestras de las formas antes indicadas. Hay que limpiar a diario los aparatos de toma, incluido los envases de toma, incluidos los envases para eliminar el crecimiento de organismos biológicos y otros depósitos.

- c.** Muestras Integradas: En algunos casos, la información necesaria se obtiene analizando mezcla de muestras individuales, recogidas en distintos puntos al mismo o con la menor separación temporal que sea posible. A veces, las muestras de este tipo se denominan integradas. Un ejemplo de la necesidad de las mismas es el de los ríos o corrientes cuya composición varía según la anchura y la profundidad. Para valorar la composición media o la carga total, hay que recurrir a mezclas de muestras que representen distintos

puntos de la sección transversal y que sean proporcionales a los flujos relativos. También puede ser necesario recurrir a muestras integradas cuando se proponen tratamientos combinados para varias corrientes distintas de aguas residuales, cuya interacción puede tener un efecto significativo sobre la tratabilidad o incluso sobre la composición. La predicción matemática de las interacciones puede resultar inadecuada o imposible, de manera que el análisis de una muestra integrada representativa puede proporcionar una información muy útil.

Los lagos naturales y artificiales muestran variaciones en su composición, tanto en profundidad como en sentido horizontal. Sin embargo, en muchos casos ni los resultados totales ni los medios resultan especialmente significativos; son más importantes las variaciones locales. En estos casos, en lugar de analizar muestras integradas, hay que estudiar muestras individuales.

La preparación de muestras integradas suele precisar un equipo especial para hacer la toma a una profundidad conocida sin que esta se mezcle con el agua de capas más superficiales. Suele ser necesario conocer el volumen, el movimiento y el agua a estudiar. Por tanto, la toma de muestras integradas es un proceso especializado y complejo que no puede describirse con detalle.

1.2 TOMA DE MUESTRAS.

1. Procedimiento de cadena de vigilancia: es esencial asegurar la integridad de las muestras desde su toma hasta la emisión del informe. Ello implica hacer una relación del proceso de posesión y manipulación de la muestra desde el momento en que fue tomada hasta el de su análisis y eliminación final. Este proceso se denomina cadena de vigilancia, y es importante en el caso de que los resultados deban presentarse en un litigio. Si no es este el caso, el procedimiento de cadena de vigilancia resulta útil como control rutinario de la trayectoria de la muestra.

Se considera que una muestra está bajo vigilancia personal se encuentra en posición física de una persona, que es la que se encarga de custodiarla y de protegerla de posibles falsificaciones, o si se encuentra en una zona de acceso limitado al personal autorizado. A continuación se resumen los principales aspectos de la cadena de vigilancia.

- a. Etiquetado de la muestra: Utilícese etiquetas para evitar falsa identificación de la muestra. Suelen resultar adecuadas las etiquetas adhesivas o las chapas. En ella debe constar al menos la siguiente información: N° de la muestra, nombre del que ha hecho la toma, fecha y momento de la toma y lugar de la misma.

Hay que adherir las etiquetas a los envases antes o en el momento de hacer la toma. La etiqueta se rellena con tinta indeleble en el momento de la toma.

- b. Sellado de la muestra: Se utilizarán sellos para detectar cualquier falsificación de la muestra que pueda hacerse antes del análisis. Se recurrirá para ello a sellos adhesivos del papel en los que conste al menos la siguiente información: número de la muestra (idéntico al número de la etiqueta), nombre del que ha hecho la toma y fecha y momento de la misma. También puede utilizarse sellos de plástico.

El sello se colocará de forma tal que sea necesario romperlo para abrir el envase. El sellado ha de realizarse antes de que el envase haya sido apartado de la vigilancia del personal que ha hecho la toma.

- c. Libro de registro de campo: toda la información pertinente en un estudio de campo o toma de muestra se registrará en un libro en el que al menos constará lo siguiente: Objeto de la toma, localización del punto donde se ha hecho, nombre y dirección del contacto de campo, productor del material del que se ha hecho la toma y dirección del dicho productor, en caso de que sea distinta de la del lugar de obtención de la muestra, y tipo de muestra. Si ésta procede de agua residual, hay que identificar el proceso que las produce. También es necesario hacer constar la posible composición de la muestra, incluyendo sus concentraciones, el número y volumen de muestra tomada, la descripción del punto donde se ha hecho la toma y el método de la misma, la fecha y el momento de la toma, el número de identificación del que ha hecho la toma, referencia del lugar en forma de mapa o fotografía, observaciones y mediciones de campo y firmas del personal responsable de las observaciones. Dado que las situaciones de toma de muestras son muy variadas, no pueden darse reglas generales acerca de la información que debe

registrarse en el libro, pero en cualquier caso conviene incluir la información suficiente como para que pueda reconstruirse la toma de la muestra sin tener que confiar en la memoria del que la ha hecho. El libro de registro debe estar protegido y guardado en un lugar seguro.

- d. Registro de la cadena de custodia o vigilancia: es preciso rellenar el registro de la cadena de vigilancia que acompaña a cada muestra o grupo de muestras. Este registro debe constar la siguiente información: N° de la muestra, firma del que ha hecho la toma, fecha, momento y lugar de la toma, tipo de la muestra, firma de la persona que participó en la cadena de posesión y fecha de las distintas posesiones.
- e. Hoja de petición de análisis de la muestra: la muestra irá al laboratorio acompañada por una hoja de petición de análisis. La persona que hace la toma deberá complementar el apartado referido al trabajo de campo, en el que se incluye gran parte de la información pertinente anotada en el libro de registro. El apartado del impreso que corresponde al laboratorio deberá ser rellenado por el personal de éste, y consta de: nombre de la persona que recibe la muestra, número de la muestra en el laboratorio, fecha de recepción y análisis a realizar.
- f. Envío de la muestra al laboratorio: La muestra debe ser enviada en el menor tiempo posible al laboratorio con la cadena de vigilancia y la hoja de petición de análisis. La muestra se entregará a la persona que deba encargarse de su custodia.
- g. Recepción y almacenamiento de la muestra: en el laboratorio, la persona en cargada debe cerciorarse de la información consignada tanto en la etiqueta como en el sello y cadena de vigilancia; debe asignar un número de laboratorio y registrarla en el libro. La muestra se almacena a temperaturas adecuadas para su conservación hasta que sea asignada a un analista.
- h. Asignación de la muestra para ser analizada: En general, el supervisor del laboratorio es el que asigna la muestra para que sea analizada. Una vez en el laboratorio, el supervisor o el analista son los responsables del cuidado y la vigilancia de la muestra.

2. Métodos de toma de muestra.

- a. Toma Manual: En la toma manual se supone que no se utiliza equipo alguno, pero este procedimiento puede resultar demasiado costoso en tiempo y dinero en programa de toma rutinaria de muestra o a gran escala.
- b. Toma Automática: mediante la toma automática se pueden eliminar los errores humanos en la manipulación, se reducen los costos laborales y se proporciona la posibilidad de hacer tomas con mayor frecuencia, por lo que su uso está cada vez más extendido. Es preciso comprobar que el aparato automático no contamine la muestra. Por ejemplo, los componentes plásticos pueden ser incompatibles con determinados compuestos orgánicos solubles en los plásticos. Si se sabe aproximadamente cuales son los componentes de la muestra, el fabricante del aparato automático puede informar sobre las posibles incompatibilidades de los componentes plásticos en algunos casos, lo mejor es hacer la toma manual con un envase de vidrio según un procedimiento que garantice la adecuada seguridad.

Los aparatos automáticos de toma de muestra se programan de acuerdo con las específicas de dicha toma. Hay que controlar con precisión la velocidad de bombeo y el tamaño de los tubos según el tipo de muestra que requiere recogerse.

3. Envase de la Muestra

El tipo de envase que se utilice tiene una importancia capital. En general, los envases están hechos de plástico o vidrio y según los casos puede resultar preferible uno u otro de estos materiales. Por ejemplo el sílice y el sodio puede lixiviarse en el vidrio pero no en el plástico y los materiales pueden dejar residuos absorbidos en las paredes de los envases de vidrio. Para muestras que contienen compuestos orgánicos, sin embargo, conviene evitar los envases de plástico salvo los fabricados con polímeros como poli tetrafluoretileno (TFE).

En el caso de muestras que contienen compuestos orgánicos volátiles, algunos de estos pueden disolverse en las paredes de los envases de plásticos o incluso pueden lixiviar sustancias de esta material. Los envases de plástico pueden degradarse y romperse. Algunos compuestos orgánicos son compatibles con determinados plásticos

(véase la instrucción de los fabricantes) sin embargo, aunque se esté seguro de la compatibilidad hay que tener en cuenta que las paredes de los envases de plástico pueden resultar porosas para los compuestos orgánicos volátiles.

En general, en estos casos es preferible utilizar envases de vidrio. Los tapones de los envases que suelen ser de plástico también pueden plantear problemas al ponerse en contacto con componentes orgánicos. En estos casos se utilizarán de metal o de TFE. Los viales de suero con tabique de plástico o goma recubierta de TFE pueden resultar útiles.

4. Numero de muestra.

Teniendo en cuenta las variaciones aleatorias, tanto en los procedimientos analíticos como en la presencia de componentes en el lugar de la toma de la muestra, una sola de ellas puede resultar insuficiente para alcanzar el nivel de certidumbre deseado. Si se conoce la desviación estándar global, el número necesario de muestra pueden calcularse con la siguiente formula:

$$N \geq \left(\frac{ts}{U} \right)^2$$

Dónde:

N: número de muestra

t: t de student para un nivel de confianza determinado

s: desviación estándar global

U: nivel de confianza aceptable.

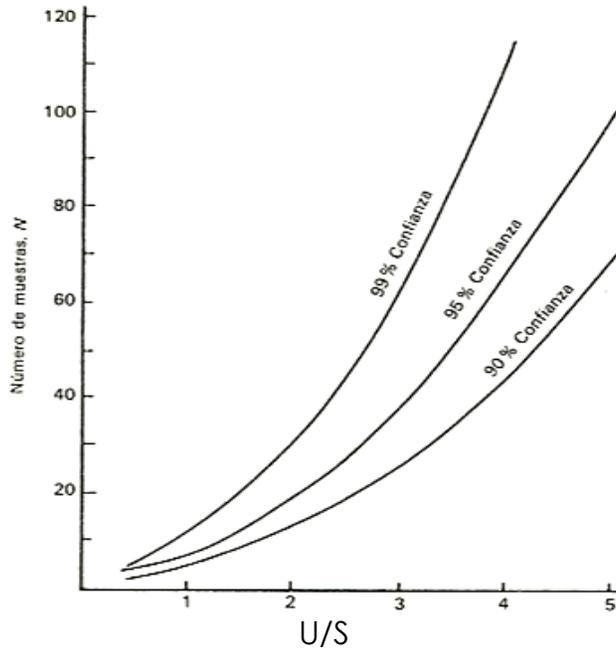


Figura 1. Número aproximado de muestras necesarias para calcular una concentración media.

Las curvas del tipo de las ilustradas en la figura anterior ayudan a hacer el cálculo. Por ejemplo, si S es 0.5 mg/l, $U \pm 0.2\text{mg/l}$ y se desea un nivel de confianza del 95 %, hay que recoger de 25 a 30 muestras.

5. Cantidades.

Para la mayoría de los análisis físicos y químicos se necesitan muestras de 2 l. par determinadas pruebas pueden requerirse volúmenes mayores. En la tabla N. 1 se muestran los volúmenes necesarios para el análisis.

No debe usarse la misma muestra para estudios químicos (orgánicos e inorgánicos), bacteriológicos y microbiológicos pues los métodos de toma y manipulación de la misma son distintos.

A continuación se muestra la **Tabla N°1. RESUMEN DE REQUERIMIENTO ESPECIALES PARA TOMA DE MUESTRAS O MANIPULACIÓN.**

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Aceites y grasas	Vidrio (calibrado)	1.000	Añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2 refrigere	28 días/28 días
Acidez	Plástico, Vidrio Borosilicato	100	Refrigerar	24h/14 días
alcalinidad	Plástico, Vidrio	200	Refrigerar	24h/14 días
BOD	Plástico, vidrio	1000	Refrigerar	6h/48h
Boro	Plástico	100	Ninguno	28 días/6 meses
Bromuro	Plástico, vidrio	Ninguno	28 días/28 días
Carbono Orgánico, Total	Vidrio	100	Analizar inmediatamente; o refrigerar y añadir HCl hasta pH<2	7 días/28 días
Cianuro Total	Plástico, vidrio	500	Añadir NaOH hasta pH>12, Refrigerar en oscuridad	24 horas/14 días; 24 horas si hay sulfuro
Cianuro Susceptible de cloración	Plástico, vidrio	500	Añadir 100g de Na ₂ S ₂ O ₃ /L	Inmediato/14 días; 24 horas si hay sulfuro
Cloro, Dióxido	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/No consta
Cloro, Residual	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/inmediato
Clorofila	Plástico, vidrio	500	30 días en oscuridad	30 días/No Consta
QOD	Plástico, vidrio	100	Analizarlo antes posible, o añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2; refrigerar	7 días/28 días
Color	Plástico, vidrio	500	Refrigerar	48 horas/48 horas
Pesticidas	Vidrio lavado con disolvente orgánico, revestimiento de TFE, tapadera	Refrigerar, añadir ácido ascórbico, 1000mg/l, si existe cloro residual.	7 días/7 días hasta extracción, 40 días tras extracción.
fenoles	Plástico, vidrio	500	Refrigerar, añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2	/28 días

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Purgables por purgaya atrapamiento	Vidrio, revestimiento de TFE, tapadera	50	Refrigerar, añadir HCl hasta pH<2; 1000mg/l de ácido ascórbico si existe cloro residual.	7 días/14 días
Conductividad	Plástico, vidrio	500	Refrigerar	28 días/28 días
Dureza	Plástico, vidrio	100	Añadir HNO ₃ hasta pH<2	
Fluoruro	Plástico	300	Ninguno	28 días/28 días
Fosfatos	Vidrio (lavado con 1+1 HNO ₃)	100	Para fosfato disuelto, filtrar inmediatamente; refrigerar	48 horas/No consta
Gas digestor de lodo	Vidrio, Botella de gas	No consta
Metales en general	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	Metales disueltos, filtrar inmediatamente, añadir HNO ₃ hasta pH<2	6 meses/6 meses
Cromo VI	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	300	Refrigerar	24 horas/24 horas
Cobre (colorimetría)
Mercurio	Plástico o vidrio (lavado con 1+1 de HNO ₃)	500	Añadir HNO ₃ hasta pH<2, refrigerar a 4°C	28 días/28 días
Nitratos	Plástico, Vidrio	100	Analizar lo antes posible, o refrigerar	49 h/48h (28 días para muestras cloradas.
Nitratos + Nitritos	Plástico, Vidrio	200	Añadir H ₂ SO ₄ hasta pH<2 refrigere	Ninguno/28 días
Nitrito	Plástico, Vidrio	100	Analizar lo antes posible, o refrigerar	Ninguno/28 días
Amoniaco	Plástico, Vidrio	500	Analizar lo antes posible o añadir H ₂ SO ₄ hasta pH <2, refrigerar	7 días/28 días
Olor	Vidrio	500	Analizar lo antes posible, refrigerar	6 horas/N.C

Determinación	Envase	Tamaño de la muestra mínimo (ml)	Conservación	Tiempo máximo de conservación Recomendado/Obligatorio
Oxígeno Disuelto (Winkler)	Vidrio, botella de DBO	300	Puede retrasarse la titulación tras la acidificación	8 horas/8 horas
Ozono	Vidrio	1000	Analizar inmediatamente	0,5 horas/N.C
pH	Plástico, Vidrio	Analizar inmediatamente	2 horas/inmediato
Sabor	Vidrio	500	Analizar lo antes posible, refrigerar	24 horas/N.C
Salinidad	Vidrio, sello de lacre	240	Analizar inmediatamente o utilizar sello de lacre	6 mese/N.C
Silice	Plástico	Refrigerar, no congelas	28 días/28 días
Sólidos	Plástico, vidrio	Refrigerar	7 días/2-7 días
Sulfatos	Plástico, vidrio	Refrigerar	28 días/28 días
Sulfuro	Plástico, vidrio	100	Refrigerar, adicionar 4 gotas de acetato de zinc 2N/100ml; añadir NaOH hasta pH>9	28 días/7 días
Temperatura	Plástico, vidrio	Analizar inmediatamente	inmediato/inmediato
Turbidez	Plástico, vidrio	Analizar el mismo día; guardaren oscuridad hasta 24 horas, refrigerar.	24 horas/48 horas
Yodo	Plástico, vidrio	500	Analizar inmediatamente	0,5 horas/N.C.

1.3 CONSERVACIÓN DE LA MUESTRA

Una completa e inequívoca conservación de las muestras, sean estas procedentes de aguas residuales domésticas, residuos industriales o residuos naturales, es imposible en la práctica. Con dependencia del tipo de muestras de que se trate, nunca pueden conseguirse la estabilidad completa de todos sus componentes. En el mejor de los casos las técnicas de conservación solo retrasarían los cambios químicos y biológicos que inevitablemente se producen después de la toma.

1. Conservación de la muestra antes del análisis

- a. Naturaleza de los cambios de la muestra: algunos análisis pueden verse afectados con mayor facilidad que otros por los efectos de la conservación de la muestra. Algunos cationes se pierden por absorción en las paredes de los envases de vidrio o por intercambios iónicos con ellas. Entre estos cationes se encuentran el aluminio, el cadmio, el cromo, el cobre, el hierro, el plomo, el magnesio, la plata y el zinc por lo que, en estos casos es mejor utilizar un envase diferente y limpio y acidificar con ácido nítrico hasta un pH inferior a 2.0 para reducir al máximo la absorción en las paredes del envase.

La temperatura cambia rápidamente; el pH puede cambiar de forma significativa en cuestión de minutos; los gases disueltos pueden perderse (oxígeno, dióxido de carbono). Hay que determinar, pues, la temperatura, el pH y los gases disueltos en el momento de hacer la toma. Al cambiar el equilibrio del pH-alcalinidad-dióxido de carbono, el carbonato de calcio puede precipitar y dar lugar a una disminución de los valores del calcio y de la dureza total.

El hierro y el magnesio son muy solubles en el estado de menor oxidación, pero relativamente insolubles en su estado de mayor oxidación; por tanto, estos cationes pueden precipitar o disolverse si se encuentran en un sedimento, dependiendo del potencial redox de la muestra. La actividad microbiológica puede ser la responsable de los cambios en el contenido de nitratos-nitrito-amoniaco, de la disminución en la concentración de fenoles y de DBO, o de una reducción de los sulfatos a sulfitos. El cloro residual es reducido a cloro. Pueden perderse por oxidación los sulfuros, los sulfitos, los iones ferrosos, yoduro y el cianuro. Pueden aumentar, disminuir o cambiar de calidad el color, el olor y la turbidez. El

sodio, el sílice y el boro pueden lixiviarse a partir del vidrio del envase. El cromo hexavalente puede ser reducido a ión crómico.

Los cambios biológicos que se producen en una muestra pueden modificar el estado de oxidación de sus componentes. Los solubles pueden ser convertidos a materiales unidos orgánicamente en las estructuras celulares o puede producirse una lisis celular que libere materiales celulares a la solución. Los bien conocidos ciclos del nitrógeno y del fósforo son sinónimos de influencia biológicos de la composición de una muestra.

Para la conservación de muestras con orgánicos volátiles es importante que no exista espacio vacío. Se evitará la pérdida de materiales volátiles si se hace la toma llenando completo el envase con la muestra, para la cual se hará rebosar aquel antes de taparlo o sellarlo. Los diales de suero con tapón tabicado son especialmente útiles ya que a través de dicho tapón puede tomar una porción de la muestra con una jeringa.

- b. Intervalo de tiempo entre la toma y el análisis: en general, mientras menos sea el tiempo que transcurre entre la toma de la muestra y sus análisis, más fiable será el resultado del mismo. Para determinados componentes y valores físicos es necesario proceder a un análisis inmediato sobre el terreno. En el caso de muestras compuestas, es habitual considerar el momento en el que se acaba de hacer la mezcla como el momento de la toma de la muestra.

Es imposible establecer con exactitud el tiempo máximo que puede transcurrir entre la toma de la muestra y su análisis; ello depende del carácter de la muestra, del tipo de análisis a realizar y de las condiciones de conservación. Los cambios debidos al crecimiento de microorganismos se retrasa mucho si se mantiene la muestra en la oscuridad y a baja temperatura. Cuando el intervalo entre la toma y el análisis es lo suficientemente largo como para producir cambios en la concentración o en el estado físico de los componentes a medir, se seguirán las instrucciones de conservación que se ofrecen en la tabla 1. Se registrará el tiempo transcurrido entre la toma de la muestra y su análisis y, en el caso de que se haya añadido algún conservante, se identificará este.

2. Técnica de conservación.

Para reducir al máximo la posible volatilización o biodegradación entre el momento de hacer la toma y el de proceder al análisis, se debe mantener la muestra a la menor temperatura posible sin que llegue a congelarse. Lo mejor es empaquetar la muestra antes de enviarla en un recipiente con hielo molido o en cubitos o con sustitutos comerciales de hielo. No debe utilizarse hielo seco, pues éste congelaría la muestra, lo que podría ocasionar la ruptura del envase. El hielo seco puede, además, afectar el pH de la muestra. Mientras se hace la mezcla, las muestras deben mantenerse con hielo o un sistema de refrigeración a 4°C. Las muestras se analizarán lo antes posible una vez llegadas al laboratorio.

Si no es posible hacerlo de manera inmediata, se recomienda conservarlas a 4°C en la mayoría de los casos. Sólo se utilizarán conservantes químicos cuando se haya demostrado que no van a estropear el análisis. En caso de que se utilicen, deberán añadirse al envase antes de poner la muestra, de manera que todas las partes de esta entre en contacto con el conservante en el momento en que sean recogidas. No existe ningún método de conservación útil para un análisis determinado puede ser inadecuado para otros, por lo que a veces es necesario hacer varias tomas y conservarlas por separado para someterlas a análisis múltiples. Todos los métodos de conservación pueden ser inadecuados si se aplican a materias en suspensión. El formaldehído afecta a la mayoría de los análisis, por lo que no debe utilizarse.

Los métodos son relativamente limitados, y están diseñados, en general, para retardar la acción de los microorganismos, retardar la hidrólisis de los complejos químicos y reducir la volatilidad de los componentes.

Los métodos de conservación se limitan al control del pH, la adición de productos químicos, el uso de envases ámbar u opacos, la refrigeración, la filtración y la congelación. En la tabla 1 se enumeran los métodos de conservación según los componentes.

La exposición anterior no es en absoluto exhaustiva ni completa. Es claramente imposible dar reglas absolutas para evitar todas las alteraciones que puedan producirse. Al abordarse cada uno de los análisis concretos se encontrarán indicaciones adicionales, pero, en

gran medida, la precisión de una valoración analítica se fundamenta en la experiencia y el buen juicio de la persona que hace la toma de la muestra.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación de la Temperatura, Método 2550 B.

2. TEMPERATURA

La lectura de cifras de temperatura se utiliza en el cálculo de diversas formas de alcalinidad, en estudios de saturación y estabilidad respecto al carbonato de calcio, en el cálculo de la salinidad y en las operaciones generales de laboratorio. En los estudios limnológicos, con frecuencia se requiere temperaturas de agua en función de la productividad. Las temperaturas elevadas, consecuencia de descargas de agua calentada, pueden tener un impacto ecológico significativo. A menudo, la identificación de la fuente de aporte hídrico, como en los manantiales profundos, sólo es posible efectuando medidas de temperatura. Las plantas industriales suelen pedir datos de temperatura del agua para uso sistemático o cálculos de transmisión de calor.

MÉTODO DE LABORATORIO Y DE CAMPO

1. Medida de Temperatura de aguas no profundas en laboratorios y otras valoraciones de temperatura de aguas no profundas.

Normalmente, las mediciones de temperatura pueden realizarse con cualquier termómetro Celsius de mercurio, que, como mínimo, deberá tener una escala con marcas cada 0,1 °C sobre el tubo capilar y una capacidad térmica mínima que permita un equilibrio rápido. Compruébese periódicamente con un termómetro de precisión certificado por el National Institute of Standards and Technology (NIST, antes National Bureau of Standards), que se utilizan con un certificado y cédula de corrección. Para operaciones de campo, utilícese un termómetro con estuche metálico a fin de evitar roturas.

2. Medidas de temperaturas en aguas profundas.

Las temperaturas de aguas profundas requeridas por los estudios limnológicos pueden medirse con un termómetro reversible, un termómetro o un termistor. El termistor es el más conveniente y exacto pero su elevado costo dificulta su uso. Antes de utilizarse en mediciones de campo, calíbrese cualquiera de los mencionados dispositivos de medida de temperatura con un termómetro certificado del NIST. Efectúese la lectura con el termómetro o dispositivo similar

sumergido en el agua el tiempo suficiente para permitir un equilibrio total. Anótese los valores que más se aproximen a 0.1 o 1.0 °C.

El termómetro utilizado generalmente para medidas de profundidad es el termómetro de tipo reversible. A menudo está montado en el aparato de recogida de muestra, de modo que puede obtenerse simultáneamente una muestra de agua. Corríjase las lecturas de los termómetros reversibles respecto a los cambios debidos a diferencias entre las temperaturas en reversión y temperatura en el momento de la lectura. Calcúlese del modo siguiente:

$$\Delta T = \left[\frac{(T^1 - t)(T^1 + V_0)}{K} \right] + \left[1 + \frac{(T^1 - t)(T^1 + V_0)}{K} \right] + L$$

Dónde:

ΔT = corrección para sumar algebraicamente a la lectura no corregida.

T^1 = lectura no corregida en la reversión.

t = temperatura a la que se lee el termómetro.

V_0 = volumen de la ampolleta final del capilar hasta graduación de 0°C

K = constante que depende de la expansión térmica relativa del mercurio y el vidrio (valor usual de $K=6.100$).

L = Corrección del calibrado del termómetro dependiendo del T^1 .

Si de efectúa observaciones seriadas, es conveniente preparar gráficas termométricas, para obtener ΔT en función de los valores de T^1 y t .

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación de la Temperatura, Método 2550 B.

3. POTENCIAL DE HIDROGENO – pH

1. Principio.

La medida del pH es una de las pruebas más importantes y frecuentes utilizadas en el análisis químico del agua. Prácticamente todas las fases del tratamiento del agua para el suministro y residual, como la neutralización ácido-base, suavizado, precipitación, coagulación, desinfección y control de la corrosión, dependen del pH. El pH se utiliza en las determinaciones de alcalinidad y dióxido de carbono y en muchos otros equilibrios ácido-base. A una temperatura determinada, intensidad del carácter ácido o básico de una solución viene dada por la actividad del ión hidrógeno o pH. La alcalinidad y acidez son las capacidades neutralizantes de ácido y base de un agua, y normalmente se expresa como miligramos de CaCO₃ por litro. La capacidad tampón es la cantidad de ácido o base fuerte, normalmente expresada en moles por litro, necesaria para cambiar el valor del pH de un litro de muestra en una unidad. Sorenson definió el pH como el $-\log[H^+]$; es el factor de "intensidad" o acidez. El agua pura está muy poco ionizada y en el equilibrio el producto iónico es:

$$\begin{aligned} [H^+][OH^-] &= K_w \\ &= 1,01 \times 10^{-14} \quad \text{a } 25^\circ\text{C} \end{aligned} \quad (1)$$

y

$$\begin{aligned} [H^+] &= [OH^-] \\ &= 1,005 \times 10^{-7} \end{aligned}$$

Dónde:

$[H^+]$ = actividad de iones hidrógeno, moles/l.
 $[OH^-]$ = actividad de iones hidroxilo, moles/l.
 K_w = Producto iónico del agua.

Debido a las interacciones en todas las soluciones, excepto en las muy diluidas, es necesario utilizar la "actividad" de un ión y no su concentración molar. El uso del término pH supone que se está considerando la actividad del ión hidrógeno, a_{H^+} . La equivalencia aproximada con la molaridad, $[H^+]$, sólo se puede presumir en soluciones muy diluidas (fuerza iónica $<0,1$).

Para expresar una amplia gama de actividades iónicas es conveniente una escala logarítmica. La ecuación uno en forma logarítmica y corregida para reflejar la actividad es:

$$\text{O} \quad (-\log_{10} a_{\text{H}^+}) + (-\log_{10} a_{\text{OH}^-}) = 14 \quad (2)$$

$$\text{pH} + \text{pOH} = \text{pK}_w$$

Dónde:

$$\text{pH} = -\log_{10} a_{\text{H}^+}$$

$$\text{pOH} = -\log_{10} a_{\text{OH}^-}$$

(p designa $-\log_{10}$ de un número)

Según la ecuación 2, al aumentar el pH disminuye el pOH en la misma proporción y viceversa, porque pK_w es constante para una temperatura determinada. A 25°C, un pH 7,0 es neutro, las actividades de los iones hidrógeno e hidroxilo son iguales y cada una corresponde a una actividad aproximada de 10^{-7} moles/l. El punto neutro depende de la temperatura y es pH 7,5 a 0°C y pH 6,5 a 60 °C.

El valor del pH de una solución muy diluida es aproximadamente el mismo que el logaritmo común negativo de la concentración de ión hidrógeno. Las aguas naturales tienen normalmente valores de pH de 4 a 9, y la mayoría son ligeramente básicas debido a la presencia de bicarbonatos y carbonatos de los metales alcalinos y alcalinotérreos.

MÉTODO ELECTROMÉTRICO

1. Discusión general.

a. Principio: el principio básico de la determinación electrométrica del pH es la medida de la actividad de los iones hidrogeno por mediciones potencio métricas utilizando un electrodo patrón de hidrogeno y otro de referencia. El electrodo de hidrógeno consiste en un electrodo de platino por el que se pasan burbujas de hidrogeno gaseoso a una presión de 101 kPa. Debido a la dificultad de utilizarlo y al potencial de intoxicación del electrodo de hidrogeno, se utiliza comúnmente el electrodo de vidrio. La fuerza electromotriz (fem) producida en el sistema de electrodo de vidrio varía linealmente con el pH y esta relación lineal se describe comparando la (fem) medida con el pH de diferentes tampones. El pH de la muestra se determina por extrapolación.

Dado que no se puede medir las actividades iónicas aisladas, como a_{OH^-} , el pH se define operacionalmente o en una escala potenciométrica. El instrumento para medir el pH se calibra potenciométricamente con un electrodo indicador (vidrio) y uno de referencia, utilizando los tampones del National Institute of Standards and Technology (NIST) de estados unidos, que tienen valores asignados de forma que:

$$\text{pH}_B = -\log_{10} a_{\text{H}^+}$$

Dónde: pH_B = pH asignado al tampón NIST

La escala operativa del pH se utiliza para medir el pH de la muestra y se define como:

$$\text{pH}_x = \text{pH}_B \pm \frac{F(E_x - E_s)}{2.303 RT}$$

Dónde:

pH_x = pH de la muestra medido potenciométricamente.

F= Faraday: 9.649×10^4 culombios/mol

E_x = muestra fem, V,

E_s = tampón fem, V,

R= constante de gas; 8.314 julio/(mol°K)

T= temperatura absoluta, °K

Nota: Aunque la ecuación para pH_x aparece en la literatura con un signo más, el signo de las lecturas de (fem) en milivoltios para la mayoría de los medidores de pH fabricados en Estados Unidos es negativo. La elección del signo negativo se realiza conforme a la convención de la IUPAC en Estocolmo relativa al signo del potencial de los electrodos.

La escala de actividad da valores 0.04 unidades más elevadas que las de la escala de Sorenson:

$$\text{pH (actividad)} = \text{pH(Sorenson)} + 0.04$$

La ecuación para pH_x supone que la fem de las células que contiene la muestra y el tampón se debe únicamente a la actividad del hidrógeno no afectada por la composición de la muestra. En la práctica las muestras tendrán especies y fuerzas iónicas variables, que afectarán a la actividad de H^+ , lo que impone

una limitación experimental a la medida del pH; por ello, para obtener resultados significativos, la diferencia entre E_x y E_s debe ser mínima. Las muestras deben ser soluciones acuosas diluidas o solutos simples ($<0.2M$). (Selecciónese tampones que protejan a la muestra). No se puede determinar el pH con exactitud en medios no acuosos, suspensiones, coloides o soluciones de gran fuerza iónica.

- b. Interferencias: El electrodo de vidrio está relativamente libre de interferencias debidas al color, turbidez, materia coloidal, oxidantes, reductores o salinidad elevada, excepto para un error de sodio a $pH > 10$. Redúzcase este error utilizando electrodos especiales con "bajo error de sodio".

La temperatura afecta a la medida del pH de dos formas: efectos mecánicos producidos por cambios en las propiedades de los electrodos y efectos químicos causados por cambios de equilibrio. En el primer caso, la pendiente Nernstian aumenta al hacerlo la temperatura, y en los electrodos necesitan tiempo para conseguir el equilibrio térmico, lo que puede producir un desplazamiento prolongado del pH. Dado que el equilibrio químico afecta al pH, los tampones patrón de pH tienen un pH específico a las temperaturas indicadas.

Se debe indicar siempre a qué temperatura se ha medido el pH.

2. Instrumental

- Medidor de pH que conste de un potenciómetro, un electrodo de vidrio, un electrodo de referencia y un dispositivo para compensar la temperatura. El circuito se completa a través del potenciómetro cuando los electrodos se sumergen en la solución test. Muchos medidores de pH son capaces de medir pH o milivoltios y algunos tienen una expansión de escala que permiten lecturas de hasta 0.001 unidades de pH, pero la mayoría de instrumentos no son tan precisos.

Para trabajos de rutina utilícase un medidor de pH exacto y reproducible hasta 0.1 unidades de pH con una escala de 0 a 14, y dotado de un ajuste compensador de la temperatura.

Aunque los fabricantes proporcionan instrucciones de trabajo, los términos descriptivos pueden ser confusos. En la mayoría de los instrumentos existen dos controles: intersección (ajuste del tampón, asimétrica, estandarizar) y pendiente (temperatura,

compensación). El control de interceptación desvía lateralmente la curva de respuesta, que atraviesa el punto isopotencial sin cambio en la pendiente. Así se puede llevar el aparato a la escala (0mV) con un tampón de pH 7 que no tiene cambio de potencial con la temperatura.

El control de pendiente hace rotar la pendiente mV/pH alrededor del punto isopotencial (0mV/pH). Para ajustar la pendiente para la temperatura, sin alterar la interceptación, selecciónese un tampón que proteja la muestra con tampón pH 7 y ajústese el control de pendiente al pH de este tampón. El aparato indicará el cambio correcto de milivoltios por unidad de pH a la temperatura de la prueba.

- Electrodo de referencia consistente en media pila que suministra un potencial constante de electrodo. Normalmente se utiliza calomelanos y plata: electrodos de plata-cloruro. Cualquiera de ellos se encuentra con varios tipos de conexiones líquidas.

La conexión líquida del electrodo de referencia es crítica porque en este punto el electrodo forma un puente de sal con la muestra o tampón y se genera un potencial de conexión líquida que afecta, a su vez, al potencial producido por el electrodo de referencia. Las conexiones del electrodo referencia pueden ser de cerámica anular, cuarzo o fibra de amianto, o de tipo de manguito. El tipo más utilizado es la conexión de cuarzo. La fibra de amianto no es recomendable para soluciones fuertes básicas. Sígase las instrucciones del fabricante para uso y mantenimiento del electrodo de referencia. Rellénense los electrodos no sellados con el electrolito correcto hasta el nivel adecuado y asegúrese que la conexión se ha humedecido correctamente.

- Electrodo de vidrio: el electrodo del sensor es un bulbo de vidrio especial que contiene una concentración fija de HCl o una solución tamponada de cloruro en contacto con el electrodo interno de referencia. Al sumergir un nuevo electrodo en una solución, la superficie exterior del bulbo se hidrata e intercambia iones sodio por iones hidrógeno para formar una capa superficial de iones hidrógeno. Ésta, junto con la repulsión de aniones por puntos fijos de silicato, cargados negativamente, producen un potencial en la interfase de vidrio-solución, que está en función de la actividad del ión hidrógeno en solución.

Existen varios tipos de electrodos de vidrio. Los electrodos de combinación incorporan en una única sonda los electrodos de vidrio y de referencia. Utilícese un electrodo con "bajo error de

sodio" que pueda funcionar a temperaturas elevadas, para medir un pH superior a 10, porque los electrodos de vidrio estándar dan valores bajos erróneos. Para medir un pH inferior a 1, los electrodos de vidrio dan valores erróneamente elevados; utilícese en lugar electrodos de membrana líquida.

- Vaso de precipitado: son preferibles los de polietileno o TFE.
- Agitador: Utilícese un agitador magnético, con barrita recubierta de TFE, o uno mecánico con impulsor inerte recubierto de plástico.
- Cámara de flujo: Utilícese para determinaciones de flujo continuo o para soluciones mal tamponadas.

3. Reactivos

- a. Preparación general: calíbrese el sistema de electrodos frente a soluciones tampón estándar o con pH conocido. Dado que las soluciones tampón se pueden deteriorar como consecuencia del crecimiento de hongos o por contaminación, prepárese reciente a medida que se necesiten para un trabajo más preciso, pesando las cantidades de productos químicos que se especifican en la tabla 1, disolviéndolas en agua destilada a 25 °C y diluyendo a un litro. Esto es especialmente importante para los tampones borato y carbonato.

Hiérvase y enfríese el agua destilada que tenga una conductividad inferior a 2 $\mu\text{ohms/cm}$. A 50 ml, añádase 1 gota de solución saturada de KCl adecuada para el uso de electrodos de referencia. Si el pH de esta solución test estuviera entre 6.0 y 7.0, utilícese para preparar todas las soluciones patrón.

Séquese KH_2PO_4 de 110 a 130 °C durante 2 horas antes de pesarlo, pero sin calentar el tetraoxalato de potasio hidratado, inestable, por encima de 60°C, ni secar las otras sales especificadas para tampones.

Aunque los productos químicos de calidad ACS suelen ser satisfactorios para preparar soluciones tampón, cuando se requiera mayor precisión se deben utilizar productos certificados, suministrados por National Institute of Standards and Technology. Para análisis de rutina, úsese las pastillas para tampones, polvos o soluciones existentes en el comercio de calidad comprobada. Al preparar soluciones tampón a partir de sales sólidas, verifíquese disolución completa.

Como norma, selecciónese y prepárese las soluciones tampón clasificadas como patrones primarios en la tabla 1; resérvese los patrones secundarios para situaciones extremas, encontradas en las medidas de aguas residuales. Consúltese en la tabla 2 el pH aceptado par soluciones tampón patrón a temperaturas distintas de 25°C. En el trabajo rutinario, las soluciones tampón y las muestras deben conservarse en frascos de polietileno. Renuévense las soluciones tampón cada 4 semanas.

Tabla 2. PREPARACIÓN DE SOLUCIONES PATRÓN DE pH

Solución Patrón (molalidad)		pH a 25°C	Peso necesario de producto químico/1000ml de solución acuosa a 25°C
Patrones Primarios:	Tartrato ácido de potasio (saturado a 25°C)	3.557	>7g $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ *
	Citrato diácido de potasio 0.05	3.776	11.41g $\text{KH}_2\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$
	Ftalato ácido de potasio 0.05	4.004	10.12g $\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$
	Fosfato ácido de potasio 0.05+ fosfato ácido disódico 0.025	6.863	3.387g KH_2PO_4 + 3.533g Na_2HPO_4 “
	Fosfato diácido de potasio 0.008695+ fosfato ácido disódico 0.03043	7.415	1.179g KH_2PO_4 + 4.303g Na_2HPO_4 “
	Borato de sodio decahidrato (bórax) 0.01	9.183	3.80g $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ “
	Bicarbonato de sodio 0.025 + carbonato de sodio 0.025	10.014	2.092g NaHCO_3 + 2.640g Na_2CO_3
Patrones secundarios	Tetraoxalato de potasio dihidrato 0.05	1.679	12.61g $\text{KH}_3\text{C}_4\text{O}_8 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$
	Hidróxido de calcio (saturado a 25 °C)	12.454	>2g $\text{Ca}(\text{OH})_2^*$

*Solubilidad aproximada:

“Preparar con agua destilada recién hervida y enfriada (exenta de dióxido de carbono)”.

- b. Solución de tartrato ácido de potasio: Agítase enérgicamente un exceso (5 a 10 g) de $\text{KHC}_4\text{H}_4\text{O}_6$ finamente cristalizado, con 100 a 300 ml de agua destilada a 25°C en un frasco con tapón de vidrio. Sepárese la solución transparente del material no disuelto por decantación o filtración. Consérvese durante 2 meses o más, añadiendo un cristal de timol (8mm diámetro) por cada 200 ml de solución.
- c. Solución saturada de hidróxido de calcio: Calcínese CaCO_3 de tipo bajo en álcali, bien lavado, en una capsula de platino, por ignición durante una hora a 1000°C . Enfríese, hidrátese por adición lenta de agua destilada, con agitación y caliéntese a ebullición. Enfríese, hidrátese por adición lenta de agua destilada, con agitación, y caliéntese a ebullición. Enfríese, fíltrese y recójase $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sólido en un filtro de vidrio sinterizado de porosidad media. Séquese a 110°C , enfríese y pulverícese hasta gránulos finos uniformes. Agítase enérgicamente un exceso de gránulos finos con agua destilada en un frasco de polietileno con tapón. Déjese que la temperatura llegue a 25°C tras la mezcla. Fíltrese el sobrenadante bajo succión, a través de un filtro de vidrio sinterizado de porosidad media y utilícese el filtrado como solución tampón. Deséchese la solución tampón cuando el CO_2 atmosférico produzca turbidez.
- d. Soluciones auxiliares: NaOH 0,1N, HCl 0,1N, HCl 5N (dilúyase 5 volúmenes de HCl 6N con un volumen de agua destilada), y solución de fluoruro ácido de potasio (disuélvase 2g de KF en 2 ml de H_2SO_4 conc. y dilúyase a 100 ml con agua destilada).

4. Procedimiento

- a. Calibrado del aparato: Síganse las instrucciones del fabricante, en cada caso, para el medidor de pH y para conservación y preparación de los electrodos para su uso. Las soluciones recomendadas para conservación de los electrodos a corto plazo varían con el tipo de electrodo y el fabricante, pero generalmente tiene una conductividad superior a $4000 \mu\text{ohmios/cm}$. El agua del grifo es mejor sustituto que la destilada, pero lo mejor para el electrodo simple de vidrio es tampón de pH 4, y es preferible KCl saturado para un electrodo de referencia de calomelanos y Ag/AgCl . La solución preferida para un electrodo combinado es

KCl saturado. Manténgase los electrodos húmedos, devolviéndolos a la solución para almacenado siempre que no se utilice el medidor de pH.

Antes de su uso, extraígame los electrodos de la solución de conservación, lávense y séquense con un paño suave, colóquese en la solución tampón inicial y ajústese el punto de isopotencial. Selecciónese un segundo tampón cuyo pH no se diferencie en más de 2 unidades del de la muestra y llévase la muestra y el patrón a la misma temperatura que puede ser la de la habitación, una fija (por ejemplo, 25 °C), o la de una muestra reciente. Sáquense los electrodos del primer tampón, lávense bien con agua destilada, séquense y sumérjense en el segundo tampón. Regístrese la temperatura medida y ajústese el mando de temperatura de forma que el aparato indique el valor de pH del tampón a la temperatura de la prueba (éste es un ajuste dependiente).

Utilice el valor de las tablas para el tampón usado a la temperatura de la prueba. Sáquese los electrodos del segundo tampón, lávense bien con agua destilada y séquense los electrodos como se indicó antes. Sumérjense en un tercer tampón por debajo de un pH 10, aproximadamente 3 unidades distinto del segundo; la lectura no debe diferir más de 0.1 unidad del pH del tercer tampón. Si el aparato muestra una respuesta distinta en más de 0.1 unidad del pH esperado, compruébese si los electrodos o el potenciómetro tienen problemas (apartado 5 a y b).

El objetivo de la estandarización consiste en ajustar la respuesta del electrodo de vidrio al aparato. Cuando solo se realicen determinaciones ocasionales del pH, se estandarizará el aparato antes de cada una de ellas. Cuando sea frecuente y el aparato sea estable, estandarice menos a menudo. Si el pH de la muestra varía mucho, estandarice cada muestra con un tampón cuyo pH no difiera más de una o dos unidades del de la muestra.

- b. Análisis de la muestra: Establézcase el equilibrio entre electrodos y muestra agitando ésta para asegurar su homogeneidad; la agitación será suave para reducir al mínimo el arrastre de dióxido de carbono. Para muestras tamponadas o con gran fuerza iónica, acondiciónese los electrodos después de limpiarlos, introduciéndolos en la muestra durante 1 minuto. Séquese y

suméjase en otra porción nueva de la misma muestra, y léase el pH.

Con soluciones diluidas, mal tamponadas, equilibrese los electrodos por inmersión en tres o cuatro porciones sucesivas de la muestra. Tómese una muestra nueva para medir pH.

5. Detección de problemas

- a. Potenciómetro: para detectar el origen de un problema, desconéctese los electrodos y conéctese, por medio de una correa de corto circuito, la terminal del electrodo de referencia a la del vidrio. Obsérvese el cambio de pH cuando se ajusta el mando de calibrado del aparato. Si el potenciómetro funciona correctamente, responderá de forma rápida y uniforme a los cambios de calibrado del aparato. Si el potenciómetro funciona correctamente, responderá de forma rápida y uniforme a los cambios de calibrado en una zona amplia de la escala. Si falla, no responderá de modo errático o mostrará un cambio en el ajuste. Pásese a la escala de milivoltios sobre la cual la aguja debe señalar cero. No tratar de reparar el potenciómetro si se carece de experiencia, limitándose al mantenimiento descrito en el manual del aparato.
- b. Electrodos: si el potenciómetro funciona correctamente, búsqese el fallo en el par de electrodos, sustituya unos cada vez, y compruébese de forma cruzada con dos tampones que se diferencien en 4 unidades de pH aproximadamente. Una desviación por encima de 0.1 unidades de pH indica un electrodo defectuoso. Los electrodos de vidrio fallan por arañazos, deterioro o cúmulos de restos sobre la superficie del vidrio. Remuévase le electrodo por inmersiones alternativas de HCl 0.1N y NaOH 0.1 N. si esto falla, suméjase la punta en solución de KF durante 30 segundos. Tras renovarlos, déjense sumergidos una noche en tampón de pH 7,0. Lávense y consérvase en tampón de pH 7,0. Lávense de nuevo con agua destilada, antes de utilizarlos. Las capas de proteína se pueden eliminar mojando los electrodos de vidrio con solución de pepsina al 10%, ajustada a pH 1 a 2.

Para comprobar el electrodo de referencia, enfréntese la (fem) de un electrodo de referencia dudoso, con otro del mismo tipo que sepa que funcione bien. Usando un adaptador, conéctese el electrodo de referencia bueno a la clavija del electrodo de vidrio

del potenciómetro, y el dudoso a la clavija del electrodo de referencia. Ajustese el aparato par que lea milivoltios y realícense lecturas con los dos electodos sumergidos en la misma solución de electrolito (KCl) y luego en la misma solución tampón. Las lecturas en milivoltios deben ser 0 ± 5 mV para ambas soluciones. Como plata: plata-cloruro frente a calomelanos o viceversa, la lectura será 44 ± 5 mV para un buen electrodo de referencia.

Los problemas del electrodo de referencia suelen deberse a una conexión obstruida. La interrupción del flujo continuo de electrolito a través de la junta produce un aumento del tiempo de respuesta y desviaciones en la lectura. Las juntas obstruidas se limpian aplicando succión a las puntas o hirviendo ésta en agua destilada hasta que el electrolito fluya libremente al aplicar la succión en la punta o presión en el orificio de llenado. En el comercio existen juntas de repuesto.

6. Precisión y sesgo

Utilizando bien un medidor de pH con buenos electodos, se puede conseguir una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una precisión de ± 0.05 unidades de pH. Sin embargo, en condiciones normales, el límite de precisión es ± 0.1 unidades de pH, especialmente para determinaciones en el agua y soluciones mal tamponadas. Por esa razón el pH se debe dar en los valores más próximos a 0.1 unidades de pH. Se analizó en 30 laboratorios una muestra sintética de solución tampón Clark y Lubs de pH 7.3, electrométricamente, con una desviación estándar de ± 0.13 unidades de pH.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examinación of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Valor de pH, Método 4500-H⁺ B.

4. CONDUCTIVIDAD

1. Discusión general.

La conductividad es una expresión numérica de la capacidad de una solución para transportar una corriente eléctrica. Esta capacidad depende de la presencia de iones y de su concentración total, de su movilidad, valencia y concentraciones relativas, así como de la temperatura de la medición. Las soluciones de la mayoría de los ácidos, bases y sales presentan coeficientes de conductividad relativamente adecuados. A la inversa, las moléculas de los compuestos orgánicos que no se disocian en soluciones acuosas tienen una conductividad muy escasa o nula.

La medición física practicada en el laboratorio suele ser de resistencia, medida en ohmios o megaohmios. La resistencia de un conductor es inversamente proporcional a su área de sección transversal y directamente proporcional a su longitud. La magnitud de la resistencia medida en una solución acuosa depende, de la característica de las celda de conductividad utilizada, y solo tiene sentido si se conocen estas características. La resistencia específica es la resistencia de un cubo de 1 cm de lado. En soluciones acuosas, esta medida es rara debido a las dificultades de fabricación de lo electrodo. Los electrodos prácticos miden una fracción dada de la resistencia específica, siendo esta fracción la constante celular C:

$$C = \frac{\text{Resistencia medida} \cdot R_m}{\text{Resistencia específica} \cdot R_s}$$

El recíproco de la resistencia es la conductancia, que mide la capacidad para conducir una corriente y se expresa en ohmios recíprocos de mhos. En los análisis de agua es más conveniente la unidad micromhos. Cuando se conoce y se aplica la constante celular, la conductancia medida se convierte en conductancia específica o conductividad, K_s , recíproca de la resistencia específica.

$$K_s = \frac{1}{R_s} = \frac{C}{R_m}$$

Se prefiere el término "conductividad", y por lo general se expresa en micromhos por centímetro ($\mu\text{mhos/cm}$). En el sistema internacional de Unidades (SIU), el recíproco del ohmio es el Siemens (S) y la

conductividad se expresa en milisiemens por metro (mS/m); $1 \text{ mS/m} = 10 \mu\text{mhos/cm}$. Para expresar resultados en unidades SIU, divídase $\mu\text{mhos/cm}$ por 10.

El agua destilada tiene recién preparada una conductividad de 0,5 a $2 \mu\text{mhos/cm}$, que aumenta tras una semana de almacenamiento a $2-4 \mu\text{mhos/cm}$. Este aumento está producido fundamentalmente por absorción de dióxido de carbono y, en menor grado, de amoníaco.

La conductividad de las aguas potables en los Estados Unidos oscilan generalmente entre 50 y $1500 \mu\text{mhos/cm}$. La conductividad de las aguas residuales domésticas puede estar próxima a la del suministro hídrico local, aunque algunos residuos industriales exhiben conductividades superiores a $10.000 \mu\text{mhos/cm}$. En sistemas de conducción, canales, corrientes fluviales y lagos, se utilizan instrumentos de medición de la conductividad, los cuales pueden incorporarse a instalaciones de monitorización multiparamétrica con registradores.

La medición de la conductividad en laboratorio es relativamente exacta, pero otros medios de determinación menos precisos encuentran numerosas aplicaciones, como son el marcaje del agotamiento de resinas de intercambio iónico y la determinación rápida de cambios significativos en el contenido inorgánico de las aguas potables y residuales. Bien instalados y mantenidos, los dispositivos de monitorización pueden proporcionar registros continuos de conductividad. La mayoría de los problemas que plantea la obtención de registros adecuados con equipos de monitorización radica en la suciedad del electrodo y en la circulación insuficiente de la muestra.

Las mediciones de conductividad en laboratorio se utiliza para:

- a. Establecer el grado de mineralización para determinar el efecto de la concentración total de iones sobre equilibrios químicos, efectos fisiológicos en plantas y animales, tasas de corrosión etcétera.
- b. Determinar el grado de mineralización del agua destilada y desionizada.
- c. Evaluar las variaciones de la concentración de minerales disueltos en aguas naturales y residuales. La variación estacional mínima que se encuentra en las aguas embalsadas contrasta notablemente con las fluctuaciones diarias de algunas aguas

de ríos contaminadas. Las aguas residuales que contienen cantidades significativas de desechos industriales muestran también una variación diaria considerable.

- d. Valorar el tamaño de la muestra que se vaya a utilizar para determinaciones químicas comunes y para investigar los resultados de un análisis químico.
- e. Determinar la cantidad de reactivo iónico necesario en algunas reacciones de precipitación y neutralización, señalándose el punto final por un cambio en la inclinación de la curva como consecuencia del punteo de la conductividad sobre las lecturas de bureta.
- f. Calcular los sólidos totales disueltos en una muestra multiplicando la conductividad ($\mu\text{mhos/cm}$) por un factor empírico; éste puede variar de 0,55 a 0,9 dependiendo de los componentes solubles del agua y de la temperatura de medición. Para aguas salinas o de caldera pueden requerirse factores relativamente altos, mientras que, si existen cantidades considerables de hidróxido o de ácido libre, se necesitarán factores más bajos. Aunque la evaporación de la muestra produce un cambio de bicarbonato a carbonato, el factor empírico se calcula, para un aporte de agua relativamente constante, dividiendo los sólidos disueltos por la conductividad. Los miliequivalentes por litro, tanto de cationes como de aniones en algunas aguas, se evalúa aproximadamente multiplicando la conductividad (en $\mu\text{mhos/cm}$) por 0.01.

La conductividad electrónica (a diferencia de la metálica) aumenta con la temperatura a un índice de 1,9 por $100/^{\circ}\text{C}$ aproximadamente. De una medición inexacta de la temperatura puede derivarse errores significativos. Las soluciones de KCl tienen un coeficiente de conductividad a temperatura más baja que el agua potable común y, por su parte, del NaCl posee un coeficiente que se aproxima mucho al encontrado en la mayoría de las aguas de pozo y de superficie. Nótese que cada ión tiene un coeficiente de temperatura distinto; así pues, un trabajo meticulado requiere la determinación de la conductividad a 25°C . El hecho que la corrección de la temperatura, una parte en 500 para $25 \pm 0.1^{\circ}\text{C}$, alcance resultados significativos depende del equipo disponible y de la precisión deseada.

METODO DE LABORATORIO

2. Instrumental.

- a. Instrumental de conductividad autocontenida: Utilícese un dispositivo consistente en una fuente de corriente alterna, un puente de Wheatstone, un indicador de valor nulo y una célula de conductividad u otro instrumento que mida el índice de corriente alterna y su voltaje a través de la célula, teniendo éste último la ventaja de proporcionar una lectura lineal de la conductividad. Elíjase un instrumento capaz de medir la conductividad con un error que no exceda el 1% $\mu\text{mho/cm}$.
- b. Termómetro: Capaz de marcar hasta 0.1 °C cubriendo una amplitud de 23 a 27 °C. por la rapidez de su respuesta, resulta conveniente utilizar un termómetro eléctrico provisto de un pequeño sensor de temperatura.
- c. Célula de conductividad.
 - 1) Tipo electrodo de platino. Este tipo de célula se presenta en forma de pipeta o de inmersión. La elección de la célula depende de la amplitud esperada de conductividad y de la amplitud de resistencia del instrumento. Ajustese experimentalmente la amplitud del conjunto total de aparatos, comparando los resultados instrumentales con las conductividades reales de las soluciones de KCl enumeradas en la tabla 3. Límpiense las células nuevas con una mezcla ácida crómico-sulfúrica y platinícense los electrodos antes de su uso. A continuación se lavan y se platinizan de nuevo, siempre que las lecturas sean irregulares, cuando no pueda obtenerse un punto final neto a cuando la inspección muestre que se han desprendido capas de negro de platino. Para platinizar, prepárese una solución de 1g de ácido cloroplatínico, $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, y 12 mg de acetato de plomo en 100 ml de agua destilada. Una solución más fuerte reduce el tiempo requerido para la platinización, por lo que puede emplearse cuando el tiempo es un factor decisivo, por ejemplo, cuando la constante celular es de 1.0/cm o más. Sumérgase los electrodos en una solución y conéctese ambos al polo negativo de una pila de 1.5 V. conéctese el polo positivo en un trozo de alambre de platino e introdúzcase en la solución. Utilícese una corriente que sólo desprenda una pequeña cantidad de gas. Continuar la electrólisis hasta que ambos electrodos se recubran con negro de platino. Consérvase la solución para uso ulterior. Enjuagar

cuidadosamente los electrodos y, no se usen, mantenerlos inmersos en agua destilada.

Tabla 3. CONDUCTIVIDAD DE LAS SOLUCIONES DE CLORURO DE POTASIO A 25°C

Concentración M	Conductividad equivalente mho/cm/equi.	Conductividad μ mhos/cm
0	149,85	
0,0001	149,43	14,94
0,0005	147,81	73,90
0,001	146,95	147,00
0,005	143,55	717,80
0,01	141,27	1.413,00
0,02	138,34	2.767,00
0,05	133,37	6.668,00
0,1	128,96	12.900,00
0,2	124,08	24.820,00
0,5	117,27	58.640,00
1	111,87	111.900,00

2) Tipo electrodo no de platino. Utilícense células de conductividad con electrodos hechos de metales comunes duraderos (acero inoxidable entre otros) para monitorización continua y estudios de campo. Calíbrese estas células mediante comparación de la conductividad de la muestra con los resultados obtenidos con un instrumento de laboratorio. Para reducir al mínimo los errores de la constante celular, utilícense una célula y un aparato adecuadamente diseñados y homologados

3. Reactivos.

- a. Agua de conductividad: Se hace pasar agua destilada a través de un desionizador, descartándose el primer litro. La conductividad debe ser menor de 1 μ mhos/cm.
- b. Solución estándar de cloruro de potasio, KCl, 0,01M: Disuélvase 745,6 mg de KCl anhidro en agua de conductividad, diluyendo hasta 1000 ml a 25°C. Ésta es la solución de referencia estándar, que a 25°C tiene una conductividad de 1.413 μ mhos/cm). Resulta satisfactoria para la mayoría de las muestras cuando la célula tiene

una constante de 1 a 2. Para otras constantes celulares, utilídense las soluciones más fuertes o más débiles enumeradas en la tabla 2. Consérvese en frascos de vidrio borosilicato con tapón de vidrio.

4. Procedimiento.

- a. Determinación de la constante de la célula: Aclárese la célula de conductividad al menos con tres porciones de solución de KCl 0,01M. Ajústese la temperatura a la cuarta porción a $25.0 \pm 0,1^\circ\text{C}$, mídase su resistencia y anótese el valor térmico. Calcúlese la constante celular C.

$$\text{Constante celular; } C = (0,001 \ 413)(R_{\text{KCl}})[1+0,0191 (t - 25)]$$

Dónde:

R_{KCl} = Resistencia medida, ohmios.

t = Temperatura observada, $^\circ\text{C}$.

- b. Medición de la conductividad: Aclárese la célula con una o más porciones de la muestra. Ajústese la temperatura de una última porción a $25.0 \pm 0,1^\circ\text{C}$. Mídase la resistencia o conductividad de la muestra y anótese la temperatura.

5. Cálculos

El coeficiente de temperatura de la mayoría de las aguas es el mismo aproximadamente que el de la solución estándar de KCl; cuando más se desvía la temperatura de 25°C , mayor es la incertidumbre en la aplicación de la corrección de la misma. Comuníquese todas las conductividades a 25.0°C .

- a. cuando se mide la resistencia de la muestra, conductividad a 25°C es:

$$K = \frac{(1.000.000)(C)}{R_m [1+0,0191(t - 25)]}$$

Dónde:

K = Conductividad, $\mu\text{ mhos/cm}$

C = Constante de la célula, cm^{-1}

t = Temperatura observada, $^\circ\text{C}$.

R_m = Resistencia medida de la célula, ohmios.

t = Temperatura de medición.

b. Cuando se mide la conductividad de la muestra, dicha conductividad a 25°C es:

$$K = \frac{(K_m) * (1.000.000)(C)}{1 + 0,0191(t - 25)}$$

Dónde:

K_m = Conductividad medida, mhos a t°C
C = Constante de la célula, cm⁻¹
t = Temperatura de medición.

Nota: Si la lectura de conductividad se hace en µmhos/cm, suprimase el factor 1.000.000 en el numerador.

c. Para instrumentos que den sus valores en unidades del SIU

1 mS/m = 10 µmhos/cm
1 µmhos/cm = 0,1 mS/m

6. Precisión y sesgo

Se sometieron a pruebas tres muestras sintéticas, con los siguientes resultados:

Conductividad mhos/cm	Nº de resultados	Desviación estándar relativa %	Error relativo
147.0	117	8.6	9.4
303.0	120	7.8	1.9
228.0	120	8.4	3.0

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985. Determinación del Valor de la conductividad, Método 2510 B.

5. SÓLIDOS

Los términos “sólidos”, “suspendidos” y “disueltos”, como se utilizarán de ahora en adelante, reemplazan a los vocablos “residuos”, “no filtrantes” y “filtrante”. Sólidos son los materiales suspendidos o disueltos en agua limpia y agua residual. Los sólidos pueden afectar negativamente a la calidad del agua o a su suministro de diferentes maneras. Las aguas con abundantes sólidos disueltos suelen ser de inferior palatabilidad y pueden inducir una reacción fisiológica desfavorable en el consumidor ocasional. Por estas razones, para las aguas potables es deseable un límite de 500 mg/l de sólidos disueltos. Las aguas altamente mineralizadas tampoco son adecuadas para muchas aplicaciones industriales o incluso resultan estéticamente insatisfactorias para bañarse. Los análisis de sólidos son importantes en el control de procesos de tratamiento biológico y físico de aguas residuales, y para evaluar el cumplimiento de las limitaciones que regulan su vertido.

1. Definiciones

“Sólidos totales” es la expresión que se aplica a los residuos de material que queda en un recipiente después de la evaporación de una muestra y su consecutivo secado en estufa a temperatura definida. Los sólidos totales incluyen los “sólidos totales suspendidos”, o porción de sólidos totales retenida por un filtro, y los “sólidos disueltos totales” o porción que atraviesa el filtro.

El tipo de soporte del filtro, el tamaño del poro, la porosidad, el área y el espesor del filtro, así como la naturaleza física y el tamaño de las partículas y la cantidad de material depositado en el filtro son los factores principales que afectan a la separación de los sólidos suspendidos y los disueltos.

“Sólidos Fijados” es la expresión aplicada al residuo de sólidos totales, suspendidos o disueltos después de someterse a ignición durante un tiempo determinado y a una temperatura especificada. La pérdida de peso por ignición se debe a los “Sólidos Volátiles”. Las determinaciones de sólidos fijados y volátiles no distinguen exactamente entre materias orgánica e inorgánica porque la pérdida de peso por ignición no se limita al material orgánico, sino que incluye pérdida por descomposición o volatilización de algunas sales

minerales. Una óptima caracterización de materia orgánica puede llevarse a cabo mediante pruebas como la del carbono orgánico total y COD.

“Líquidos Sedimentables” es la expresión aplicada al material que se desprende de la suspensión de un periodo determinado. Puede incluir material flotable, dependiendo de la técnica.

2. Fuentes de error y variabilidad

La temperatura a la que se seca el residuo incide en gran medida en los resultados, debido a que la pérdida de peso derivada de la volatilización de la materia orgánica, el agua ocluida, el agua de cristalización y los gases a partir de la descomposición inducida por el calor, así como las ganancias producidas por la oxidación, dependen de la temperatura y tiempo de calentamiento.

Los residuos secados a 103-105 °C pueden tener no solamente agua de cristalización, sino también agua ocluida. Como resultado de la conversión del bicarbonato en carbonato, habrá una pérdida de CO₂. La pérdida de materia orgánica por volatilización será por lo general muy ligera. Dado que la eliminación de agua ocluida es marginal a esta temperatura, la obtención de peso constante puede ser muy baja.

Los residuos secados a 180 ± 2 °C perderán casi toda el agua ocluida. Puede permanecer un poco de aguas de cristalización, especialmente cuando hay sulfatos. La materia orgánica puede perderse por volatilización, pero no desaparecer por completo. La conversión de bicarbonatos en carbonatos produce la pérdida de CO₂, y los carbonatos pueden descomponerse en óxidos o sales básicas. Pueden perderse algunos cloruros y sales nitradas. En general, la evaporación y el secado de muestras a 180°C proporciona valores sobre sólidos disueltos que están más próximos a los obtenidos mediante suma de las especies minerales determinadas individualmente que a los valores de los sólidos disueltos, logrados mediante secado a la temperatura más baja.

Los resultados para residuos ricos en aceite y grasa pueden ser cuestionables debido a la dificultad que supone el secado a peso constante en un tiempo razonable.

Los análisis realizados con algún propósito especial pueden exigir una desviación de los procedimientos establecidos para incluir un componente no habitual en los sólidos medidos. Cualesquiera que sean las variaciones técnicas que se introduzcan, estas deben registrarse y presentarse con los resultados.

3. Manipulación y preservación de la muestra

Utilícense botellas plásticas o vidrio refractario, teniendo siempre en cuenta que el material en suspensión no se adhiera a las paredes del recipiente. Iníciase el análisis lo antes posible, pues resulta poco útil preservar la muestra. Refrigerérese a 4°C hasta realizar el análisis, para reducir al mínimo la descomposición microbiológica de los sólidos.

4. Selección del método

Los métodos 4.1 al 4.5 son adecuados para la determinación de sólidos en aguas potables, de superficie y salinas, así como para aguas residuales domésticas e industriales, en una amplitud de 20.000 mg/l. el método 4.6 es idóneo para la determinación de sólidos de sedimentos y también para materiales sólidos y semisólidos producidos durante el tratamiento de aguas limpias y residuales.

5.1 SÓLIDOS TOTALES SECADOS A 103-105°C

1. Discusión general.

a. Principio: se evapora una muestra correctamente mezclada en una placa pesada y secada a peso constante en un horno a 103-105°C. El aumento de peso sobre el de la placa vacía representa los sólidos totales. Es posible que en aguas residuales el resultado no represente el peso real de los sólidos disueltos y sus pendidos.

b. Interferencias: el agua fuertemente mineralizada con una concentración significativa de calcio, magnesio, cloruro y/o sulfato puede ser higroscópica y requerir un secado prolongado, una desecación adecuada y un pesado rápido. Elimíñese las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Dispérsese con un mezclador las grasas y el aceite flotantes antes de separar una porción de muestra para análisis. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 miligramos.

2. Instrumental:

- Placas de evaporación: placas de 100 ml de capacidad, fabricadas con uno de los materiales siguientes:
 - Porcelana, 90 mm diámetro.
 - Platino, generalmente satisfactorio para tales fines.
 - Vaso alto de sílice.
- Horno de mufla para operar a 550 ± 50 °C
- Desecador, provisto de un desecante que tenga un indicador colorimétrico de concentración de humedad.
- Baño de vapor
- Horno de secado, para operaciones a 103 – 105 °C
- Balanza de análisis: capaz de pesar hasta 0.1 mg.

3. Procedimiento

a. preparación de la placa de evaporación: si se va a medir sólidos volátiles

- Incinérese una placa de evaporación limpia a 550 ± 50 °C durante una hora en un horno de mufla.

- Si solamente se intenta medir sólidos totales, caliéntese la placa limpia a 103-105°C durante una hora. Consérvese la placa en el

deseCADador hasta que se necesite. Pesar inmediatamente antes de usar.

b. Análisis de la muestra

Elíjase un volumen de muestra que proporcione un residuo entre 2.5 y 200 mg. Transfírase un volumen medido de muestra bien mezclada a la placa pesada previamente y evapórese hasta que se seque en un baño de vapor o un horno de secado. En caso necesario, añádase a la misma placa, después de evaporación, nuevas porciones de muestra. Si la evaporación se lleva a cabo en un horno de secado, reducir la temperatura 2°C aproximadamente por debajo del punto de ebullición, a fin de evitar salpicaduras. Secar la muestra evaporada al menos durante una hora en horno a 103-105°C, enfriar la placa en desecador para equilibrar la temperatura y pesar. Repítase el ciclo de secado, enfriado, desecación y pesado hasta obtener un peso constante, o hasta que la pérdida de peso sea menor del 4% del peso previo o menor de 2.5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Cálculo

$$\text{Sólidos Totales (mg/L)} = \frac{(B - A) * 1000}{ml \text{ muestra}}$$

Dónde:

A = Peso de la cápsula (mg)

B = Peso de la cápsula + peso del residuo (mg)

5. Precisión

Se realizaron análisis por duplicado, en un solo laboratorio, de 41 muestras de aguas limpias y residuales, con una desviación estándar de diferencias de 6.0 mg/l.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos Totales, Método 2540 B.

5.2 SÓLIDOS TOTALES DISUELTOS SECADOS A 180 °C

1. Discusión general.

a. Principio: Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio; posteriormente, el filtrado se evapora hasta que se seque en una placa pesada y secada a peso constante a 180 °C. El aumento de peso de la placa representa los sólidos totales disueltos.

Es posible que los resultados no coincidan con el valor teórico para sólidos calculado a partir del análisis químico de la muestra (ver la parte introductoria). Se han puesto a punto métodos aproximativos para correlacionar los análisis químicos con sólidos disueltos. Para determinar los sólidos totales disueltos, puede utilizarse el filtrado a partir de la determinación de sólidos totales en suspensión. (Numeral 4.3)

b. Interferencias: Las aguas excesivamente mineralizadas con un contenido considerable de calcio, magnesio, cloruro y/o sulfatos, pueden ser higroscópicas y exigir un secado prolongado, un grado de desecación adecuado y un pesado rápido. Las Muestras ricas en bicarbonato requieren un secado cuidadoso y, probablemente, prolongado, a 180 °C, para asegurar la conversión completa de bicarbonato a carbonato. Puesto que un residuo excesivo en la placa puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg.

2. Instrumental

- Disco de filtración de fibra de vidrio, sin aglutinante orgánico.
- Aparato de filtración: Elijase de entre los dispositivos siguientes el más adecuado para el disco de filtrado seleccionado:
 - Embudo de filtro de membrana
 - Crisol de Gooch, 25 a 40 ml de capacidad, con adaptador.
 - Dispositivo de filtrado, con reservorio y disco de arandela gruesa (40-60 μm) como soporte del filtro.
- Matraz de succión: de capacidad suficiente para el tamaño de la muestra seleccionado.
- Horno de secado, para operaciones a 180 ± 2 °C.

3. Procedimiento

a. Preparación del disco de filtrado de fibra de vidrio: insértese el disco con la cara rugosa hacia arriba en el aparato de filtrado. Abrase el paso de vacío, Lávese el disco con tres volúmenes

sucesivos de 20 ml de aguas destilada. Continuar la succión hasta eliminar todo vestigio de agua. Deséchese el agua de lavado.

- b. Preparación de la placa de evaporación: Si se va a medir sólidos volátiles, incinérese la placa de evaporación limpia a 550 ± 50 °C durante una hora en un horno de mufla. Si se desea medir únicamente sólidos totales disueltos, caliéntese la placa limpia a 180 ± 2 °C durante una hora en horno. Consérvese en desecador hasta su uso. Pesar antes de usar.
- c. Selección del filtro y tamaño de la muestra: Elíjase un volumen de muestra que proporcione entre 2,5 a 200 mg de residuo seco. Si se requiere más de 10 minutos para completar el filtrado, se debe aumentar el tamaño del filtro o disminuir el tamaño de la muestra, en cualquier caso no debe producir menos de 2,5 mg de residuo.
- d. Análisis de la muestra: Filtrese el volumen medido de la muestra bien mezclada mediante un filtro de fibra de vidrio, lávese con tres volúmenes sucesivos de 10 mililitros de agua destilada, permitiendo el drenaje completo del filtro entre los lavados. Continúe con la succión durante 3 minutos después de terminar el filtrado. Transfiérase el producto a una placa de evaporación pesada y evapórese hasta que seque en un baño a vapor. Si el volumen filtrado excede la capacidad de la placa, añádase a la misma, después de la evaporación, nuevas porciones de muestra. Séquese al menos durante una hora en horno a 180 ± 2 °C, enfríese en un desecador para equilibrar la temperatura y procédase a pesar. Repita el ciclo de secado, enfriado, desecación y pesado hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menos al 4% del peso previo o menos de 0,5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Calculo

$$\text{Sólidos Totales (mg/L)} = \frac{(A - B) * 1000}{ml_{muestra}} * 1000$$

Donde

A: Peso del residuo seco + placa.

B: Peso de la placa.

5. Precisión.

Se llevó a cabo en un solo laboratorio el análisis de 77 muestras de un peso de 293mg/l, con una desviación estándar de diferencias de 21.20 mg/l.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación de Sólidos Disueltos, Método 2540 C.

5.3 SÓLIDOS TOTALES EN SUSPENSIÓN SECADOS A 103-105 °C

1. Discusión general.

a. Principio: Se filtra una muestra bien mezclada por un filtro estándar de fibra de vidrio, y el residuo retenido en el mismo se seca a un peso constante a 103-105°C. El aumento de peso en el filtro representa los sólidos totales en suspensión. Si este material obtura el filtro y prolonga la operación del filtrado, la diferencia entre el total del filtrado y el total de sólidos disueltos puede proporcionar un cálculo aproximado de los sólidos totales en suspensión.

b. Interferencias: Elimínese de la muestra las partículas gruesas flotables o los aglomerados sumergidos de materiales no homogéneos, si se decide que su inclusión no es deseable en el resultado final. Puesto que un residuo excesivo sobre el filtro puede formar una costra hidrófila, límitese el tamaño de la muestra para que proporcione un residuo no mayor de 200 mg. Para las muestras ricas en sólidos disueltos, lávese meticulosamente el filtro para asegurar la eliminación del material disuelto. Los tiempos de filtración prolongados, consecuencia de la obturación del filtro, puede originar resultados altos debido a una cantidad excesiva de sólidos capturados en el filtro obturado.

2. Instrumental

Además de los aparatos enumerados en las secciones anteriores, con excepción de la placa de evaporación, el baño de vapor y el horno de 180°C, se requiere una:

Plancheta, acero inoxidable o aluminio, 65 mm de diámetro.

3. Procedimiento

a. Preparación del disco de filtrado de fibra de vidrio: Insértese el disco en el aparato de filtrado. Abra el paso de vacío y lávese el disco con tres volúmenes sucesivos de 20 ml de agua destilada. Elimine el agua de lavado. Séquese en horno a 103-105°C durante una hora. Si se va a medir sólidos volátiles, incinérse a $550 \pm 50^\circ\text{C}$ en horno de mufla, enfríese en desecador para equilibrar la temperatura y procédase a pesar. Repita el ciclo hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor de 0,5

mg entre pesadas sucesivas. Consérvese en desecador. Pesar inmediatamente antes de usar.

- b. Selección del filtro y tamaño de la muestra: Para muestras no homogéneas como agua residual no tratada, utilícese un filtro ancho para permitir el filtrado de una muestra representativa.
- c. Análisis de la muestra: Móntese el aparato de filtrado y el filtro e iníciase la succión. Para ajustar el filtro, humidézcase este con una pequeña cantidad de agua destilada. Filtre un volumen de muestra bien mezclada por el filtro de fibra de vidrio. Lávese con tres volúmenes de 10 ml de agua destilada, permitiendo el drenaje completo del filtro entre los lavados, continúese succionando por tres minutos después de terminar el filtrado. Sepárese cuidadosamente el filtro del aparato y trasládese a una plancheta de aluminio o acero inoxidable. Alternativamente, procédase a separar el crisol y la combinación del filtro del adaptador del crisol, si se está utilizando un cristal de Gooch. Séquese en horno a 103-105°C durante una hora al menos, enfríe en un desecador para equilibrar la temperatura y pésese. Repita el ciclo (secado, enfriamiento, desecación y pesado) hasta obtener un peso constante. Repita el ciclo (secado, enfriamiento, desecación y pesado) hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso previo o menor de 0,5 mg (escoger la menor de ambas).

4. Cálculo

$$\text{Sólidos Totales suspendidos (mg/L)} = \frac{(A - B) * 1000}{\text{ml muestra}} * 1000$$

A: Peso del residuo seco + placa.

B: Peso de la placa.

5. Precisión

En los estudios efectuados por dos analistas sobre cuatro series de 10 determinaciones cada una, la desviación estándar fue de 5.2 mg/l (coeficiente de variación 33%) a 15 mg/l; 24 mg/l (10%) a 242 mg/l, y a 13 mg/l (0.76%) a 1707 mg/l.

Se realizaron análisis por duplicado, en un solo laboratorio, de muestras de agua naturales y residuales, con una desviación estándar de diferencias de 2.8 mg/l.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985. Determinación de Sólidos Suspendidos, Método 2540 D.

5.4 SÓLIDOS FIJOS Y VOLÁTILES INCINERADOS A 550°C.

1. Discusión general.

a. Principio: el residuo obtenido con los métodos 4.1, 4.2, 4.3 se incinera, a peso constante, a una temperatura de $550 \pm 50^\circ\text{C}$. Los sólidos remanentes representan los sólidos totales fijos, disueltos o en suspensión, mientras que la pérdida de peso por ignición representa los sólidos volátiles. La determinación es útil para el control de las operaciones en plantas de tratamiento de aguas residuales, porque ofrece un cálculo aproximado de la cantidad de materia orgánica presente en la fracción sólida del agua residual, lodos activados y residuos industriales.

b. Interferencias: Durante el proceso de secado pueden producirse errores negativos en los sólidos volátiles por pérdida de materia evaporable. La determinación de bajas concentraciones de sólidos volátiles en presencia de concentraciones elevadas de sólidos fijos puede estar sujeta a errores considerables. En tal caso, deberán medirse los compuestos volátiles mediante otra prueba, por ejemplo, la del carbono orgánico total.

2. Instrumental.

Véase secciones 5.1, 5.2, 5.3

3. Procedimiento

Incínese el residuo producido por los métodos 3.1, 3.2, 3.3 a peso constante en un horno a $550 \pm 50^\circ\text{C}$. se deberá elevar el horno a esta temperatura antes de introducir la muestra. Por lo general, la incineración sólo precisa de 15 a 20 minutos. Enfríe la placa o el disco de filtro al aire hasta que se haya disminuido el calor, transfiera a un desecador para proceder a su enfriamiento final en una atmósfera seca, cuidado de no sobrecargar el desecador. Pése la placa o el disco tan pronto como se haya enfriado para equilibrar la temperatura. Repítase el ciclo de incinerado, enfriado, desecado y pesado) hasta obtener un peso constante o hasta que la pérdida de peso sea menor al 4% del peso previo.

4. Cálculos

Reportar la pérdida de peso en la calcinación como sólidos volátiles y el remanente como sólidos fijos.

$$\text{Sólidos Volátiles(mg/L)} = \frac{(A - B) * 1000}{ml\text{ muestra}} * 1000$$

$$\text{Sólidos Fijos(mg/L)} = \frac{(B - C) * 1000}{ml\text{ muestra}} * 1000$$

Dónde:

A = Peso de residuo + placa antes de ignición

B = Peso de residuos + placa o filtro después de la ignición

C = Peso de la cápsula o filtro.

5. Precisión

En los estudios realizados por 3 laboratorios sobre 4 muestras y 10 replicados, la desviación estándar fue de 11 mg/l a 170 mg/l de sólidos totales volátiles. No se pudieron obtener datos de sesgo de muestras reales.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos fijos y volátiles incinerados a 550°C, Método 2540 E.

5.5 SÓLIDOS SEDIMENTABLES

1. Discusión general.

Los sólidos sedimentables de las aguas de superficie y salinas, así como de los residuos domésticos e industriales, pueden ser determinados y expresados en función de un volumen (ml/l) o de un peso (mg/l).

2. Instrumental:

La prueba volumétrica requiere solamente de un Cono Imhoff. En la gravimétrica, son necesarios todos los instrumentos enunciados en la sección 4.3 y un vaso de vidrio con un diámetro mínimo de 9 cm.

3. Procedimiento

- a. Volumétrico: Llénese un cono de Imhoff hasta la marca de un litro con una muestra bien mezclada. Déjese sedimentar durante 45 minutos, removiendo suavemente las paredes del cono con una varilla o por rotación; manténgase en reposo por 15 minutos más y regístrese el volumen de sólidos sedimentables del cono como ml/l. Si la materia sedimentada contiene bolsas de líquido entre partículas gruesas, evalúese el volumen de aquellas y réstese del volumen de sólidos sedimentados. El Límite inferior práctico de la medición depende de la composición de la muestra y, en general, es del orden de 0,1 a 1,0ml/l. En caso de producirse una separación de materiales sedimentables y flotables, no deben valorarse estos últimos como material sedimentable.
- b. Gravimétrico:
 1. Determínese los sólidos totales en suspensión de una muestra bien mezclada (sección 4.3)
 2. Viértase una muestra bien mezclada en un vaso de vidrio de no menos de 9 cm de diámetro, con capacidad para un litro y con una profundidad de 20 cm. Alternativamente, utilizar un vaso de vidrio de diámetro, superior y mayor volumen de muestra. Déjese en reposo por una hora y, sin remover el material sedimentado o flotable, extráigase 250ml desde el centro del recipiente en un punto a medio camino entre las superficies del material sedimentado y del líquido. Determínese los sólidos totales suspendidos (mg/l) de este líquido sobrenadante (sección 4.3). Esto son los sólidos no sedimentables.

4. Cálculos

Sólidos Sedimentables (mg/L) = Sólidos Suspendidos (mg/l) – Sólidos no Sedimentables (mg/l)

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Determinación de Sólidos Sedimentables, Método 2540 F.

6. OXIGENO DISUELTO (OD)

1. Significado.

Los niveles de oxígeno disuelto (OD) en aguas naturales dependen de la actividad física, química y biológica del sistema de aguas. El análisis de OD es una prueba clave en la contaminación del agua y control de procesos de tratamiento de aguas residuales.

2. Selección del método

Se describen los métodos para análisis de OD: el de Winkler o yodométrico y sus modificaciones, y el electrométrico que utiliza electrodos de membrana. El método Yodométrico es un procedimiento titulométrico basado en la propiedad oxidante del OD, mientras que el método del electrodo de membrana se basa en la tasa de difusión del oxígeno molecular a través de una membrana. La elección del método depende de las interferencias presentes, precisión deseada y, en algunos casos, de la comodidad o conveniencia.

6.1 MÉTODO YODOMÉTRICO

1. Principio

El método Yodométrico es el procedimiento titulométrico más exacto y fiable para analizar OD. Se basa en la adición de solución de manganeso divalente, seguido de álcali fuerte, a la muestra contenida en un frasco con tapón de vidrio. OD oxida rápidamente una cantidad equivalente del precipitado disperso de hidróxido de manganeso divalente a hidróxido con mayor estado de valencia. En presencia de iones yoduro, en solución ácida, el manganeso oxidado revierte al estado divalente, con liberación de yodo equivalente al contenido original de OD. Entonces se valora el yodo con una solución patrón de tiosulfato.

El punto final de la titulación se puede detectar visualmente, con un indicador de almidón, o electrométricamente, con técnicas potenciométricas o de punto muerto. Los analistas experimentados pueden mantener una precisión de $\pm 50 \mu\text{g/l}$ en la detección visual del punto final y una precisión de $\pm 5 \mu\text{g/l}$ en la del punto final electrométrico.

El yodo liberado se puede determinar también directamente con espectrofotómetros de absorción simple. Este método se puede usar de forma rutinaria para obtener estimaciones muy exactas del OD se orden de $\mu\text{g/l}$, siempre que no haya interferencia de partículas materiales, de color o químicas.

2. Selección del método.

Antes de seleccionar un método, tener en cuenta el efecto de las interferencias, especialmente los materiales oxidantes o reductores que puedan hallarse presentes en la muestra. Algunos agentes oxidantes liberan yodo a partir de los yoduros (interferencias positivas) y algunos reductores reducen el yodo (interferencia negativa). La mayoría de la materia orgánica se oxida parcialmente cuando el manganeso oxidado precipitado se acidifica, causando así errores negativos.

Para reducir al mínimo el efecto de esas interferencias, se ofrecen varias modificaciones del método Yodométrico. Entre los procedimientos más comúnmente utilizados, se encuentra la modificación de azida, la de permanganato, la floculación de alumbre y la floculación del sulfato de cobre - ácido sulfámico. La modificación de azida elimina eficazmente la interferencia producida por el nitrito, que es la más común en diluyentes tratados biológicamente y muestras de DBO incubadas. Utilícese la modificación de permanganato en presencia de ión ferroso. Cuando la muestra contenga 5mg o más de sales férricas/l, añádase fluoruro de potasio (KF) como primer reactivo en la modificación de azida o después del tratamiento de permanganato para el hierro ferroso. Alternativamente, elimínese la interferencia de Fe(III) por medio de ácido fosfórico al 85 u 87% (H_3PO_4) en lugar de ácido sulfúrico (H_2SO_4) para acidificación. Este procedimiento no se ha ensayado para concentraciones de Fe(III) por encima de 20mg/l.

Utilícese la modificación de floculación de alumbre en presencia de sólidos en suspensión que causen interferencias, y la floculación con sulfato de cobre - ácido sulfámico sobre licor mixto de cieno activo.

3. Toma de muestra

Recójase las muestras con mucho cuidado. Los métodos de muestreo dependen en gran manera de la fuente y hasta cierto punto del método de análisis. No dejar la muestra en contacto con el aire ni agitarla, para que no varíe su contenido gaseoso. Las

muestras tomadas a cierta profundidad en corrientes, lagos o pantanos, y las de calderas, requieren de precauciones especiales para eliminar los cambios de presión y temperatura. Se han desarrollado procedimientos y equipos para el muestreo de aguas bajo presión y otras no confinadas (por ejemplo corrientes, ríos y pantanos).

Recójase las muestras de aguas superficiales en frascos de boca estrecha y con tapón de vidrio DBO de 300 ml de capacidad, con tapones de vidrio sinterizado. De forma apuntada y boca con reborde. Evítase el arrastre o disolución de oxígeno atmosférico. Al tomar muestras de una línea bajo presión, sujétese al grifo un tubo de goma o vidrio que llegue al fondo del frasco. Déjese que el frasco rebose dos o tres veces y póngase la tapa de modo que no queden burbujas de aire.

4. Conservación de las muestras

Determinese el OD inmediatamente en todas las muestras que contengan una demanda apreciable de oxígeno y yodo. Las que no presenten demanda de yodo se pueden conservar durante unas horas sin cambios tras la adición de solución de sulfato manganeso ($MnSO_4$), solución alcali-yoduro, y H_2SO_4 , seguida de agitación en la forma usual. Protéjase las muestras almacenadas de la luz solar intensa y valórese lo antes posible.

Las muestras con demanda de yodo se conservarán durante 4 a 8 horas por adición de 0.7 ml de H_2SO_4 conc y 1 ml de solución de azida sódica (2 g de NaN_3 /100ml de agua destilada) al frasco DBO. Así, se interrumpe la actividad biológica y se mantiene el OD si el frasco se almacena a la temperatura de recogida o se hace un cierre de agua y se mantiene a 10-20°C. Completar el método lo antes posible, utilizando 2 ml de solución de $MnSO_4$, 3 ml de solución alcali-yoduro y 2 ml de H_2SO_4 conc.

6.2 MODIFICACIÓN DE AZIDA.

1. Discusión general

utilícese la modificación de azida para la mayoría de aguas residuales, diluyentes y muestras de corrientes, especialmente si contiene más de 50 μg NO_2^- -N/l y no más de 1 mg de hierro ferroso/l. deben estar ausentes otros agentes reductores u oxidantes. Si se añade 1 ml de solución KF antes de acidificar la muestra y no se

retrasa la titulación, el método es aplicable en presencia de 100 a 200 mg de hierro férrico/l.

2. Reactivos

- Solución de Sulfato Manganoso: Disolver 480 gr de $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ó 400 gr $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ó 364 gr $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Filtrar y completar el volumen a 1 litro. La solución de MnSO_4 no debe dar color con el almidón al adicionar solución acidificada de KI.
- Reactivo Alkali Yoduro Ácida:
 1. Para muestras saturadas o menos que saturadas: disuélvase 500 g de NaOH (o 700 g KOH) y 135 g NaI (o 150 g KI) en agua destilada y dilúyase a 1 l. Añádase 10 g NaN_3 disuelto en 40 ml de agua destilada. Las sales de potasio y sodio pueden intercambiarse. Este reactivo no debe dar color con la solución de almidón cuando se diluya y acidifique.
 2. Para muestras sobresaturadas: Disuélvase 10 gr de NaN_3 en 500 ml de agua destilada. Adicionar 480 gr NaOH y 750 gr NaI, agitando hasta disolverlos. Se presentará una turbidez blanca debido al carbonato de sodio, pero no es perjudicial. Precaución: No acidificar esta solución, se pueden producir vapores tóxicos de ácido hidrazoico.
- Ácido Sulfúrico concentrado: 1 ml es equivalente a unos 3.0 ml del reactivo álcali-yoduro-ázida.
- Almidón: Disolver 2.0 g de almidón soluble (grado laboratorio) y 0.2 g de ácido salicílico (conservante) en 100 ml de agua destilada caliente.
- Titulante tiosulfato de sodio patrón: Disuélvase 6,205 g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Adicionar 1.5 ml de NaOH 6N ó 0.4 g de NaOH sólido y dilúyase a 1 litro. Estandarícese con solución de biyodato.
- Solución patrón de Biyodato de Potasio 0.0021 M: Disuélvase 812.4 mg. de $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ en agua destilada y llevar a 1 litro.

Estandarización: Disuélvase aproximadamente 2 g de KI, exento de yodato, en un erlenmeyer con 100 a 150 ml de agua destilada. Añádase 1 ml de ácido sulfúrico 6N o unas gotas de ácido sulfúrico

concentrado y 20ml de solución patrón de biyodato. Dilúyase a 200 ml y titúlese el yodo liberado con tiosulfato, añadiendo almidón hacia el final de la titulación, cuando se produzca un color paja pálido. Cuando las soluciones tengan igual concentración, se necesitarán 20 ml de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,025M. Si no es así, ajústese la solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ a 0,025 M.

- Solución de fluoruro de potasio: Disuélvase 40 g de $\text{KF}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y dilúyase a 100 ml.

3. Procedimiento.

- A la muestra recogida en un frasco de 250 a 300 ml se añade 1 ml de solución de sulfato manganeso (MnSO_4), y después 1 ml de álcali-yoduro-azida. Si se mojan las pipetas con la muestra, lávese antes de volver al frasco de reactivo. Alternativamente, manténgase la punta de la pipeta justo por encima de la superficie del líquido, al añadir los reactivos. Tápese con cuidado para excluir las burbujas de aire, y mezcle invirtiendo varias veces. Cuando el precipitado se ha depositado suficientemente (hasta aproximadamente a la mitad del volumen del frasco), añádase 1 ml de ácido sulfúrico concentrado, para dejar un sobrenadante claro por encima del hidróxido de manganeso floculado. Vuélvase a tapar y mézclese invirtiendo varias veces hasta disolución completa. Titúlese un volumen correspondiente a 200 ml de muestra original tras corrida la pérdida de muestra por desplazamiento con los reactivos. Así, para un total de 2 ml (1 ml de cada uno) de MnSO_4 y reactivos álcali-yoduro-azida en un frasco de 300 ml, titúlese $200 \times 300 / (300 - 2) = 201$ ml.
- Titúlese con solución 0.025M de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ hasta color paja pálido. Añádase unas gotas de solución de almidón y continúese valorando hasta la primera desaparición del color azul, si se sobre pasa el punto final, valórese por retroceso con solución de biyodato 0.0021M añadiendo gota a gota, o por adición de un volumen medido de muestra tratada. Realícense las correcciones posteriores debidas al efecto catalítico del nitrito o a trazas de sales férricas que no has sido complejadas con fluoruro.

4. Cálculo

- Para titular 200 ml de muestra, 1 ml $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.025M = 1 mg/l OD/l.
- Para expresar los resultados como porcentaje de saturación a 101.3 kPa, utilícense los datos de solubilidad del oxígeno, corríjase la solubilidad a presiones barométricas distintas de la media al nivel del mar y para diferentes concentraciones de cloro.

5. Precisión y sesgo

Puede determinarse OD con una precisión expresada como desviación estándar alrededor de 20 µg/l en agua destilada y alrededor de 60 µg/l en aguas residuales y diluyentes secundarios. En presencia de interferencias apreciables, incluso con las modificaciones adecuadas, la desviación estándar puede llegar a 100 µg/l. se pueden dar errores aún mayores en los análisis de aguas que tengan sólidos orgánicos en suspensión o gran contaminación. Evítense los errores debidos a la falta de cuidado al recoger las muestras, por prolongar la terminación del análisis o por seleccionar una modificación inadecuada.

6.3 METODO ELECTRODO DE MEMBRANA

1. Discusión general

Se han realizado varias modificaciones del método iodométrico para eliminar o reducir al mínimo los efectos de las interferencias; de todos modos, el método sigue siendo inaplicable a una serie de aguas residuales domésticas e industriales. Además, el método iodométrico no sirve para pruebas de campo, ni se puede adaptar fácilmente al control continuo para determinación *in situ* de OD.

Los métodos polarográficos que utilizan el electrodo de caída de mercurio o el giratorio de platino no han sido siempre fiables para el análisis de OD en aguas residuales industriales y domésticas, porque las impurezas de la solución problema pueden intoxicar el electrodo o interferir de otra forma. Esos problemas se reducen al mínimo con sistemas de electrodo cubierto de membrana, ya que el elemento censor está protegido por una membrana plástica permeable de oxígeno que sirve de barrera de difusión frente a las impurezas. En condiciones de equilibrio estable, la corriente es directamente proporcional a la concentración de OD.

Se han utilizado electrodos de membrana de tipo polarográficos y galvánico para medir OD en lagos y pantanos, para estudios de corrientes y control de diluyentes industriales, para control continuo de OD en unidades de cieno activado y para estudios oceanográficos y de estuarios. Al ser totalmente sumergibles, los electrodos de membrana son adecuados para análisis *in situ*. Su fácil transporte, funcionamiento y mantenimiento les hace especialmente

conveniente para aplicaciones de campo. En investigaciones de laboratorio, los electrodos de membrana se han utilizado para análisis continuo de OD en cultivos bacterianos, incluido el test DBO.

a. Principio.

Los electrodos de membrana sensibles de oxígeno, de tipo polarográficos, están compuestos por dos electrodos metálicos sólidos en contacto con un electrolito de soporte separado de la solución problema por una membrana selectiva. La diferencia básica entre el sistema galvánico y el polarográficos está en que en el primero la reacción es espontánea (similar a la de una célula de combustible), mientras en el segundo se precisa una fuente de voltaje aplicado para polarizar el electrodo indicador. Normalmente, se usan membranas de polietileno y fluorocarbono, al ser permeables al oxígeno molecular y relativamente robustas.

Existe una relativa variedad de electrodos de membrana disponible comercialmente. En todos ellos, "la corriente difusora" es linealmente proporcional a la concentración de oxígeno molecular. La corriente puede transformarse fácilmente en unidades de concentración (como mg/l) por medio de varios procedimientos de calibrado.

Los electrodos de membrana presentan un coeficiente de temperatura relativamente alto, debido en gran medida a los cambios de permeabilidad de la membrana. El efecto de la temperatura sobre la sensibilidad del electrodo, ϕ (micro amperio por miligramos por litro), se puede expresar por medio de la siguiente relación simplificada:

$$\text{Log } \phi = 0,43 mt + b$$

Dónde:

t= temperatura °C.

m= constante que depende del material de la membrana.

b= constante que depende en gran medida del grosor de la membrana.

Si se determinan los valores de ϕ y m para una temperatura (ϕ_0 y t_0), es posible calcular la sensibilidad a cualquier temperatura deseada (ϕ y t) como sigue:

$$\text{Log } \phi = \text{log } \phi_0 + 0,43 m (t - t_0)$$

Las cartas monográficas para corrección de temperatura se pueden elaborar fácilmente y son proporcionadas por algunos fabricantes.

Compruébese frecuentemente uno o dos puntos para confirmar el calibrado original. Si éste varía, el nuevo calibrado debe ser paralelo al original, siempre que se use el mismo material en la membrana.

La compensación de la temperatura también se puede hacer automáticamente por medio de termistores en el circuito de electrodos. Sin embargo, estos pueden no compensar totalmente en una escala amplia de temperatura. Para algunas aplicaciones, en que se requiere gran exactitud, úsense las cartas monográficas calibradas para corregir el efecto de la temperatura. En caso de electrodo de membrana OD en aguas estuarinas o residuales con fuerza iónica variable, corregir el efecto salinización sobre la sensibilidad del electrodo. Este efecto es parcialmente importante para cambios grandes de contenido en sal. La sensibilidad del electrodo varía con la concentración salina según la relación siguiente:

$$\text{Log } \varphi_s = 0,43 m_s C_s + \text{log } \varphi_0$$

Dónde:

φ_s, φ_0 = sensibilidad en la solución salina y agua destilada, respectivamente.

C_s = concentración de sal (preferiblemente fuerza iónica)

m_s = Constante (coeficiente salinización)

Si se determina φ_0 y m_s , es posible calcular la sensibilidad para cualquier valor de C_s . Las medidas de la conductividad se pueden usar para aproximar la concentración de la sal (C_s), lo que es especialmente aplicable a las aguas estuarinas.

Interferencias

Las películas de plástico utilizadas con los sistemas de electrodo de membrana son permeables a una serie de gases, además de oxígeno, aunque ninguno se despolariza fácilmente en el electrodo indicador. El uso prolongado de electrodos de membrana en aguas que contengan gases, tales como el sulfuro de hidrógeno (H_2S), tiende a reducir la sensibilidad de la célula. Elimínese esa interferencia, cambiando frecuentemente el electrodo de membrana.

Toma de muestra.

Dado que los electrodos de membrana ofrecen la ventaja de análisis in situ, eliminan los errores debidos a la manipulación y al mantenimiento de la muestra. Si es preciso tomar muestras, se adoptarán las mismas precauciones indicadas para el método yodométrico.

2. Instrumental

Electrodo de membrana sensible al oxígeno, polarográficos o galvánico, con medidor adecuado.

3. Procedimiento.

a. Calibrado: sígase las indicaciones del fabricante para obtener una precisión y exactitud garantizadas. Generalmente, los electrodos de membrana se calibran por lecturas frente a aire o una muestra de concentración conocida de OD (determinada yodométricamente), así como en una muestra de OD cero. (Añádase exceso de sulfito de sodio Na_2SO_3 , y una traza de cloruro de cobalto, CoCl_2 , para llevar OD a cero). Es preferible calibrar con muestras de agua problema. Evítese un calibrado yodométrico donde se sospechen sustancias interferentes. A continuación se da un ejemplo de los procedimientos recomendados:

1. Agua dulce: para muestras no contaminadas donde no haya sustancias interferentes, calíbrese la solución problema o agua destilada, lo que sea más cómodo.
2. Agua salada: Calíbrese directamente con muestras de agua de mar o con aguas que contengan una concentración de sal constante superior a 1000 mg/l.
3. Agua dulce con contaminantes o sustancias interferentes: Calíbrese con agua destilada porque la muestra daría resultados erróneos.
4. Agua salada con contaminantes o sustancias interferentes: Calíbrese con una muestra de agua limpia que contenga la misma cantidad de sal que la muestra. Añádase una solución concentrada de cloruro de potasio (KCl) (véase la tabla 3) a agua destilada para producir la misma conductancia específica que en la muestra. Para muestras oceánicas contaminadas, calíbrese con una muestra de agua de mar sin contaminar.

5. Aguas de estuarios con cantidades diferentes de sal: Calíbrese con una muestra de agua de mar no contaminada o agua destilada o del grifo. Determinése la concentración de cloruro o sal de la muestra y revísese el calibrado para tener en cuenta el cambio de solubilidad del oxígeno en el agua de estuario.

b. Medición de la muestra

Sígase todas las precauciones recomendadas por el fabricante para asegurar unos resultados aceptables. Téngase cuidado de cambiar la membrana para evitar la contaminación del elemento sensor y el englobamiento de burbujas diminutas de aire bajo la membrana que pueden dar lugar a una menor respuesta y a una corriente residual elevada. Proporcionése suficiente flujo de muestra a través de la superficie de la membrana para evitar la respuesta errática.

c. Validación del efecto temperatura

Compruébese frecuentemente uno o dos puntos para verificar los datos de corrección de la temperatura.

4. Precisión y sesgo

Con la mayoría de los sistemas de electrodos de membrana existentes en el comercio se puede obtener una exactitud de $\pm 0,1$ mg OD/l y una precisión de $\pm 0,05$ mg OD/l.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985
Determinación de Oxígeno disuelto, Método 4500-O C.

7. DEMANDA BIOLÓGICA DE OXÍGENO (DBO)

1. Discusión general

a. Principio: El método consiste en llenar con muestra, hasta rebosar, un frasco hermético de tamaño especificado, e incubarlo a temperatura establecida durante 5 días. El oxígeno disuelto se mide antes y después de la incubación, y el RBO se calcula mediante la diferencia entre el OD inicial y el final. Debido a que el OD se determina inmediatamente después de hacer la dilución, toda la captación de oxígeno, incluida la que ocurre durante los 15 primeros minutos, se incluye en la determinación de DBO.

b. Toma de la muestra y almacenamiento

Para esta prueba la muestra puede degradarse de forma significativa mientras están almacenadas, entre su recogida y el análisis, y como resultado producir valores de DBO bajos. Esta interferencia se reduce al analizar la muestra inmediatamente o enfriando la muestra a temperatura próxima a la congelación (4°C) durante su almacenamiento. Sin embargo reduzca el tiempo de almacenamiento. Lleve la muestra a 20°C para su análisis.

1. Muestras tomadas al azar: Si la muestra se analiza en un plazo de 2 horas el almacenamiento en frío es innecesario. Si el análisis no se realiza en este periodo, conserve la muestra en frío a 4°C, inicie el análisis en un plazo de 6 horas después de su recogida. De no ser posible conserve la muestra a 4°C o inferior, e informe el tiempo de almacenamiento y temperatura, del almacenamiento con los resultados. No deje pasar 24 horas de almacenamiento de la muestra para su análisis. Cuando estas van a ser utilizadas para fines de regulación hágase todo lo posible para analizar la muestra en el plazo de 6 horas después de su recogida.
2. Muestras mixtas: consérvase la muestra a 4°C o inferior durante la mezcla. Utilice los mismos criterios anteriormente mencionados. Límitese el periodo de mezcla a 24 horas. Utilícese los mismos criterios que para el almacenamiento de muestras tomadas al azar, empezando la determinación del tiempo de mantenimiento a partir del final del periodo de

mezcla. Infórmese del tiempo y condiciones de almacenamiento de la muestra como parte de los resultados.

2. Instrumental

- Botella de incubación 250 a 300 ml.
- Incubador de aire o baño de agua controlado por termostato a 20°C. Elimine la luz para evitar producción de OD por fotosíntesis.

3. Reactivos

- *Solución Buffer de fosfatos:* Disolver 8.5g de KH_2PO_4 , 21.75g de K_2HPO_4 , 33.4g de $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y 1.7g de NH_4Cl en 500 ml de agua destilada y completar a volumen de 1 L. (pH 7.2)
- *Solución de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$:* Disolver 22.5 gr de $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ y llevar a volumen de 1L con agua destilada.
- *Solución de FeCl_3 :* Disolver 0.25g de $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y llevar a volumen de 1L con agua destilada.
- *Solución de H_2SO_4 1N:* Diluya cuidadosamente 28 ml de H_2SO_4 concentrado en agua destilada, llevar a volumen final de un litro.
- *Solución de CaCl_2 :* Disolver 27.5 gr de CaCl_2 y llevar a volumen de 1 L con agua destilada.
- *Solución NaOH 1N:* Disuelva 40g de NaOH en destilada, completar volumen a un litro.
- *Solución de Sulfito de Sodio 0.025N:* Disolver 1.575g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ en 1000 ml. Solución inestable, prepararla diariamente.
- *Inhibidor de la nitrificación:* 2-cloro-6(tricloro metil) piridina
- *Solución de cloruro de amonio:* disuelva 1,15 g de NH_4Cl en unos 500 ml de agua destilada, ajuste l pH a 7,2 con solución de NaOH, diluya hasta 1 l. la solución contiene 0,3 mg N/ml.
- *Solución de glucosa-ácido glutámico:* Seque previamente del pesaje glucosa y ácido glutámico grado reactivo, a 103 °C durante una hora. Pese 150mg de glucosa y 150mg de ácido glutámico, disuelva en aguas destilada, lleve a volumen final de un litro. Preparar antes de usar.

4. Procedimiento

- a. Preparación del agua de dilución: Colóquese un volumen deseado de agua en un frasco adecuado y adicione un mililitro de las siguientes soluciones: tampón de fosfatos, sulfato de magnesio, cloruro de calcio y cloruro férrico por litro de agua. Si desea, siembre le agua de dilución como en el apartado 2 y 3, de forma que siempre tenga a mano agua de calidad garantizada. Antes de usar el agua de dilución debe ponerse a temperatura de 20°C. Satúrese con OD agitando en una botella parcialmente llena o aireando con aire filtrado libre de materia orgánica. Alternativamente almacene en frascos de vidrio tapados con algodón con tiempo suficiente para que el agua se sature de oxígeno. Protéjase la calidad del agua utilizando material de vidrio, tubos y frascos limpios.
- b. Control del agua de dilución: utilícese este procedimiento como una comprobación aproximada de la calidad de agua de dilución.

Si la depleción de oxígeno del agua candidata excede de 0,2 mg/l, obténgase una muestra de agua satisfactoria mejorando la purificación, o de otra fuente. Alternativamente, inhibiendo la nitrificación, almacénese el agua de dilución, sembrada tal como se ha especificado antes, en una habitación oscura a temperatura ambiente hasta que la capacidad de oxígeno se haya reducido lo suficiente para cumplir los criterios de comprobación del agua de dilución. No se recomienda su almacenamiento cuando la DBO se va a determinar sin inhibir la nitrificación ya que pueden desarrollarse organismos nitrificantes durante este tiempo. Compruébese el agua de dilución almacenada para determinar si sigue habiendo suficiente amoníaco después de su almacenamiento. Si no es así, añádase solución de cloruro de amonio para proporcionar 0.45mg de amoníaco/l en calidad de nitrógeno. Si el agua no ha sido almacenada para mejorar su calidad, añádase suficiente material de siembra como para producir una captación de OD de 0,05 a 0,1 mg/l en 5 días a 20°C. Incúbese un frasco de agua de dilución por cinco días a 20°C. Determine el OD inicial y final. La captación de OD en 5 días a 20 °C no debería ser mayor de 0,2 mg/l y preferiblemente no mayor de 0,1 mg/l.

- c. Control de glucosa-ácido glutámico: debido a que la prueba de DBO es un bioensayo, sus resultados pueden verse influidos por la presencia de sustancias tóxicas o por el uso de un material de siembra de baja calidad. Las aguas destiladas suelen estar contaminadas con cobre; algunos simientes cloacales son relativamente inactivas. Con tales aguas y simientes siempre se obtienen resultados bajos. Compruébese periódicamente la calidad del agua de dilución, la efectividad de la simiente, y la técnica analítica mediante determinaciones de DBO en compuestos orgánicos puros y en muestras con adiciones conocidas. En general, para determinaciones de DBO que no requieren una simiente adaptada, utilícese una mezcla de 150 mg de glucosas/l y 150mg de ácido glutámico/l como solución de control patrón. La oxidación de la glucosa es muy alta pero con el ácido glutámico se estabiliza, siendo muy similar a la obtenida en muchas aguas residuales municipales. Determinése la DBO en 5 días a 20°C de una dilución al 2% de la solución control patrón. Alternativamente, si un agua residual particular contiene un componente principal identificable que contribuya a la DBO, utilícese este compuesto en lugar de la glucosa-ácido glutámico. Determinése la DBO de 5 días a 20°C de una disolución al 2% de la solución de control patrón de glucosa-ácido glutámico utilizando las técnicas expuestas en el apartado 4d y j.

Si los límites control están por fuera del sesgo de $198 \pm 30,5$ mg/l, vuelva a evaluar e investigue la fuente del problema. Si la DBO medido para una comprobación de glucosa ácido glutámico está fuera del intervalo de límite control aceptado, rechace la prueba con éste simiente y el agua de dilución.

Intervalo de funcionamiento y límite de detección: el intervalo de funcionamiento es igual a la diferencia entre OD inicial máximo (7 a 9mg/l) y el OD residual mínimo de 1mg/l multiplicado por el factor de dilución. Se establece el límite de detección inferior a 2 mg/l para una depleción de OD mínima de 2mg/l.

d. Siembra

1. Fuente de la simiente: Es necesario tener presente una población de microorganismos capaces de oxidar la materia orgánica biodegradable de la muestra. El agua residual doméstica, los efluentes no clorados, o desinfectados por otros medios, de las centrales de tratamiento biológico de los residuos, y las aguas de

superficie que reciben la descarga de agua residual contienen poblaciones microbianas satisfactorias. Algunas muestras no contienen una población microbiana suficiente (residuos industriales, material desinfectado, muestras con pH extremos). Para tales residuos, siémbrese el agua de dilución añadiendo una población de microorganismos. La simiente preferida es el efluente de un sistema de tratamiento biológico procesador de residuos. Cuando no se disponga de ésta, Utilícese el sobrenadante del agua residual doméstica después de dejarlo reposar a temperatura ambiente por una hora (pero no más de 36 horas). Cuando se utiliza el efluente de un proceso de tratamiento biológico, se recomienda inhibir la nitrificación.

Algunas muestras pueden contener materiales no degradados a la tasa normal por los microorganismos en el agua residual doméstica en reposo. Siémbrense estas muestras con población microbiana adaptada obtenida de efluente no desinfectados de un proceso biológico del tratamiento del residuo. En ausencia de tal servicio, obténgase simiente del agua receptora por debajo del punto de descarga (3 a 8 Km). Cuando tampoco se disponga de dicha fuente de simiente, desarróllese una simiente adaptada en el laboratorio aireando continuamente una muestra de agua residual doméstica en reposo y añadiendo pequeños incrementos diarios de residuos. De forma opcional, utilícese una suspensión de suelo o lodo activo, o una preparación de simiente comercial para obtener la población microbiana inicial. Determínese la existencia de una población satisfactoria ensayando el rendimiento de la simiente en pruebas de DBO realizadas en la muestra. Los valores de DBO que aumentan con el tiempo de adaptación hasta un valor estable alto indican adaptación con éxito de la simiente.

2. Control simiente: Determinar la DBO del material de siembra como para cualquier otra muestra. Es la simiente control. A partir de este valor y de uno conocido de la dilución del material de siembra (en el agua de dilución) determínese la captación de OD de la simiente. Lo ideal es hacer disoluciones de la simiente tales que la mayor cantidad resultante en al menos el 50% de depleción de OD. La representación de la depleción del OD, en mg/l, frente a ml de simiente tendría que ser una línea recta, cuya pendiente corresponde a la depleción de OD por ml de simiente. La intersección del eje OD es la depleción de OD causada por el

agua de dilución y debe ser menor a 0,1 mg/l. Para determinar la captación de OD de una muestra se resta la captación de OD de la simiente de la captación de OD total. En el agua de dilución debe oscilar entre 0,6 y 1,0 mg/l.

e. Pretratamiento de la muestra:

1. Muestras con alcalinidad cáustica o acidez: Neutralícese las muestras un a pH entre 6,5 a 7,5 con solución de ácido sulfúrico o de hidróxido de sodio de concentración tal que la cantidad de reactivo no diluya la muestra más de 0,5%. El pH del agua de dilución sembrada no debería verse afectado por la menor dilución de la muestra.
2. Muestras que contengan cloro residual: Si es posible evítese las muestras que contenga cloro residual, tomándolas antes del proceso de cloración. Si la muestra ha sido clorada pero no hay residuo detectable de cloro, siémbrese el agua de dilución. Si hay cloro residual, elimínese el cloro de la muestra y siémbrese el agua de dilución. No ensayar las muestras cloradas/descloradas sin sembrar el agua de dilución. En algunas muestras, el cloro desaparecerá en el plazo de 1 a 2 horas después de su exposición a la luz. Esto suele ocurrir durante el transporte o la manipulación de al muestra. Para las muestras en las que el residuo de cloro no se disipa en un tiempo corto razonable, destrúyase el cloro residual añadiendo solución de Na_2SO_3 . Determínese el volumen de Na_2SO_3 requerida en una fracción de 100 a 1000 ml de muestra neutralizada añadiendo 10ml de 1+1 ác. Acético o 1 + 50 ác. Sulfúrico, 10ml de solución de yoduro de potasio (al 10%), y titulando con solución de Na_2SO_3 hasta punto final de almidón-yodo para el residuo. Añádase a la muestra neutralizada el volumen relativo de la solución de tiosulfato determinada por la prueba anterior, mézclese y después de 10 a 20 minutos, compruébese el cloro residual de la muestra. (NOTA: el exceso de Na_2SO_3 ejerce un requerimiento de oxígeno y reacciona lentamente con ciertos compuestos de cloraminas orgánicas que pueden estar presentes en las muestras cloradas)
3. Muestras que contienen sustancias tóxicas: Ciertos residuos industriales, por ejemplo, los residuos resultados del plateado, condenen metales tóxicos. Tales muestras requieren un estudio y tratamiento especial.

4. Muestras supersaturadas de OD: En aguas frías, o en aguas donde se produce la fotosíntesis, es posible encontrar muestras que contienen más de 9 mg OD/l a 20 °C. Para evitar la pérdida de oxígeno durante la incubación de tales muestras, redúzcase el OD hasta la saturación a 20 °C calentando la muestra aproximadamente 20 °C en frascos parcialmente llenos mientras se agitan con fuerza o se airean con aire limpio, filtrado y comprimido.
 5. Ajuste de la temperatura de la muestra: Póngase la muestra a $20 \pm 1^\circ\text{C}$ antes de hacer diluciones.
 6. Inhibición de la nitrificación: Si desea Inhibir la nitrificación, añádase 3mg de 2-cloro-6-(triclorometil) piridina (TCMP) a cada frasco de 300 ml antes de taparlos o añádase una cantidad suficiente al agua de dilución para obtener una concentración final de 10mg/l. (Nota: es probable que el TCMP puro se disuelva lentamente y puede que flote en la capa superior de la muestra. Algunas fórmulas comerciales se disuelven mejor pero no son TCMP al 100%; ajústese la dosificación en consecuencia). Entre las muestras que requieren inhibición de nitrificación tenemos: los efluentes tratados biológicamente, las muestras sembradas con efluentes tratados biológicamente, y las aguas fluviales. (se debe reportar en el informe la inhibición de nitrificación)
- f. Técnica de dilución: las diluciones que dan lugar a un OD residual de al menos 1mg/l y una captación de OD de al menos 2mg/l después de 5 días de incubación producen los resultados más fiables. Hágase varias diluciones de la muestra preparada para obtener captaciones de OD en dicho intervalo. La experimentación con una muestra concreta permitirá el uso de un número menor de diluciones. Un análisis más rápido, tal como DQO, presenta una correlación aproximada con la DBO y permite la selección de diluciones. En ausencia de datos previos, utilice las siguientes diluciones: 0,0 a 1,0 por 100 para los residuos industriales fuertes, 1 a 5 por 100 para aguas residuales depuradas y brutas, del 5 al 25 por 100 para el efluente tratado biológicamente, y del 25 al 100 por 100 para las aguas fluviales contaminadas.

Prepárense las diluciones en probetas y pásense después a frascos de DBO, o prepárense directamente en frascos de DBO. Cualquier método de dilución puede combinarse con cualquier técnica de

determinación de OD. El número de frascos que se preparen de cada dilución depende de la técnica OD y del número de duplicados deseados.

Cuando se utilizan probetas para preparar las diluciones y es necesario sembrar, añádase la simiente directamente al agua de dilución o a las probetas individuales antes de diluir. La siembra de las probetas evita una disminución de la proporción de la simiente con respecto a la muestra a medida que se hacen diluciones mayores. Cuando estas se preparan en los frascos de DBO y es necesario sembrar, añádase la simiente directamente al agua al agua de dilución o a los frascos DBO.

1. Diluciones preparadas en probetas: Si se utiliza la modificación de azida del método de titulación yodométrico, añádase agua de dilución, sembrada si es necesario, por medio de un sifón y con cuidado, en una probeta de 1 a 2 l de capacidad. Llénese hasta la mitad si n arrastra aire. Añádase la cantidad deseada de muestra mezclada con sumo cuidado y dilúyase hasta el nivel apropiado con agua de dilución. Mézclese bien con una varilla mezcladora de tipo émbolo; evítase la entrada de aire. Introdúzcase la dilución mezclada por medio de un sifón, en dos frascos de DBO. Determínese el OD inicial en uno de dichos frascos. Tápese el segundo frasco herméticamente, con un sello hidráulico, e incúbese durante 5 días a 20 °C. Si se utiliza el método del electrodo de membrana para determinar OD, viértase la mezcla de dilución en un frasco de DBO por medio de un sifón. Determínese el OD inicial de este frasco y reemplácese cualquier volumen desplazado con dilución de la muestra hasta llenar el frasco. Tápese herméticamente con un sello hidráulico e incúbese durante 5 días a 20 °C.
2. Diluciones preparadas directamente en frasco de DBO: Utilizando una pipeta volumétrica de boca ancha, añádase el volumen de muestra deseado a frascos de DBO individuales de capacidad conocida. Añádase cantidades adecuadas del material de siembra a los frascos DBO individuales o al agua de dilución. Llénense los frascos con suficiente agua de dilución, sembrada si es necesario, de forma que la inserción del tapón desplace todo el aire, sin dejar burbujas. Para diluciones mayores de 1:100 hágase una primera dilución en una probeta antes de hacer la dilución final en el frasco. Cuando se utilizan los métodos yodométricos de titulación para medir el OD, prepárense dos frascos de cada una de las soluciones.

Determinese el OD inicial en un frasco. Ajustese herméticamente el tapón del segundo frasco, póngase un sello hidráulico, e incúbase durante 5 días a 20 °C. Si se utiliza el método de electrodo de membrana para medir el OD, prepárese solo una botella de DBO de cada dilución. Determinese el OD inicial de este frasco y desplácese cualquier volumen desalojado con agua de dilución hasta llenarlo. Cierre herméticamente, con cierre hidráulico, e incúbase durante 5 días a 20 °C. aclárese el electrodo OD entre las determinaciones para evitar la contaminación cruzada de las muestras.

- g. Determinación del oxígeno Inicial: Si las muestras contienen materiales que reaccionan muy de prisa con el OD, determinese el OD inmediatamente después de llenar el frasco DBO con muestra diluida. Si la captación rápida inicial de OD es insignificante, el tiempo transcurrido entre la preparación de la dilución y la de la terminación del OD no es crítico.
Utilícese la modificación azida del método yodométrico o el método del electrodo de membrana para determinar el OD inicial en todas las diluciones de la muestra, los blancos de dilución y, cuando se apropiado, los controles de simiente.
- h. Blanco del agua de dilución: Empléese un blanco del agua de dilución como control de la calidad del agua de dilución no sembrada y la limpieza de los frascos de incubación. Junto con cada lote de muestras, incube un blanco de agua de dilución no sembrada. Determine el OD inicial y final, la captación de OD no deberá ser mayor de 0,2 mg/l y preferiblemente no superior a 0,1 mg/l.
- i. Incubación: incúbase a $20^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ los frascos de DBO que contengan las diluciones deseadas, los controles de simiente, los blancos de agua de dilución, y los controles de glucosa ácido glutámico. Sellar los frascos como se describe en el apartado 6.
- j. Determinación del oxígeno final: Luego de 5 días de incubación, determine el OD en las diluciones de la muestra, en los controles, como en el punto 7.

5. Cálculos:

- a. Cuando el agua de dilución no es sembrada

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = \frac{D_1 - D_2}{P}$$

- b. Agua de dilución Sembrada

$$DBO_5 \text{ (mg/L)} = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) * f}{P}$$

D₁: OD inicial en la muestra diluida

D₂: OD final en la muestra diluida

P: Fracción volumétrica decimal de muestra usada

B₁: OD del control de simiente antes de la incubación (mg/L)

B₂: OD del control del simiente después de la incubación (mg/L)

F: Proporción de la simiente en la muestra diluida con respecto a la del control de simiente.

$$f = \frac{\% \text{ de simiente en muestra diluida}}{\% \text{ simiente en control de simiente}}$$

Si añade directamente la simiente a la muestra o a la botella control del simiente:

$$f = \frac{\text{Volumen de simiente en muestra diluida}}{\text{Volumen de simiente en control de simiente}}$$

Si se inhibe la nitrificación exprese los resultados como DBOC₅.

Si más de una dilución de la muestra cumple los criterios de un OD residual de al menos 1 mg/l y una depleción de OD de al menos 2 mg/l, y no hay evidencia de toxicidad a concentraciones de muestra mayores o de error obvio, hállese el promedio de los resultados que encajan en el intervalo aceptable.

No es necesario hacer corrección para la captación de OD por el blanco de agua de dilución, si se cumple con lo expuesto en el numeral 8. Si el agua no cumple estos criterios, es difícil hacer correcciones y los resultados pueden ser cuestionables.

6. Precisión y sesgo.

No hay determinación que permita establecer el sesgo del procedimiento de la DBO. El control de glucosa-ácido glutámico, está pensado como un punto de referencia para la evaluación de la calidad del agua de dilución, de la eficiencia de la simiente, y de la técnica analítica. Pruebas realizadas en un solo laboratorio, utilizando una solución mixta de 300 mg/l de glucosa-ácido glutámico, proporcionaron los siguientes resultados:

Número de meses: 14

Número de Triplicados: 421

Promedio de recuperación mensual: 204 mg/l

Desviación estándar del promedio mensual: 10,4 mg/l

En una serie de estudios cruzados entre laboratorios, en cada uno de los cuales intervinieron de 2 a 112 laboratorios (e igual número de analistas y de fuentes de simiente), se hicieron medidas de DBO de 5 días en muestras de agua sintética que contenía una mezcla de 1:1 de glucosa y ácido glutámico en el intervalo de concentraciones totales de 3,3 a 231 mg/l. Las ecuaciones de regresión para el valor medio, X , y la desviación estándar, S , de estos estudios fueron:

$$X = 0,658 (\text{nivel añadido, mg/l}) + 0,280 \text{ mg/l}$$
$$S = 0,100 (\text{nivel añadido, mg/l}) + 0,547 \text{ mg/l.}$$

Para el estándar primario mixto de 300 mg/l, la DBO promedio de 5 días sería 198 mg/l con una desviación estándar de 30,5 mg/l.

a. Límites control: Debido a los muchos factores que afectan a las pruebas de DBO en los estudios en los que intervienen múltiples laboratorios y, en consecuencia, a la extrema variabilidad obtenida en los resultados de la prueba, se recomienda una desviación estándar, determinada por pruebas interlaboratorios, como un límite control para los laboratorios individuales. O, de forma alternativa, el establecimiento, para cada laboratorio, de sus propios límites control realizando como un mínimo de 25 comprobaciones glucosa-ácido glutámico durante un periodo de varias semanas o meses, y calculando la media y la desviación estándar. Utilícese la media ± 3 desviaciones estándar como límite control para la comprobaciones glucosa-ácido glutámico. Compárese los límites control calculados en las pruebas de un solo laboratorio presentada antes en los resultados interlaboratorio. Si

los límites control están fuera del rango de $198 \pm 30,5$, vuélvase a evaluar e investigúese la fuente del problema. Si la DBO medido para una comprobación glucosa-ácido glutámico está fuera del intervalo del límite control aceptados, rechácese las pruebas hechas con ese simiente y esa agua de dilución.

- b. Intervalo de funcionamiento y límite de detección: el intervalo de funcionamiento es igual a la diferencia entre el OD inicial máximo (7 a 9 mg/l) y el OD residual mínimo de 1 mg/l multiplicado por el factor de dilución. Se establece un límite de detección inferior de 2 mg/l para una depleción de OD mínima de 2 mg/l.

Bibliografía

- Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA. 1985 Pureba de ROB de 5 días, Método 5210-B.

8. DEMANDA QUIMICA DE OXIGENO (DQO)

Reflujo cerrado, método titulométrico.

1. Discusión general

a. Principio: La mayor parte de la materia orgánica resulta oxidada por una mezcla de los ácidos crómico y sulfúrico. Se somete a reflujo una muestra en una muestra en una solución ácida fuerte con un exceso conocido de dicromato de potasio ($K_2Cr_2O_7$). Después de la digestión, el $K_2Cr_2O_7$ no reducido que quede se determina con sulfato de amonio ferroso para determinar la cantidad de $K_2Cr_2O_7$ consumido y calcular la materia orgánica oxidable en términos de equivalente de oxígeno. Manténganse constantes las proporciones de pesos de reactivos, de volúmenes y de concentraciones cuando se utilicen volúmenes de muestras distintos de 50 ml. El tiempo estándar de reflujo de 2 horas puede reducirse si se ha demostrado que un período más corto produce los mismos resultados.

Interferentes y limitaciones: los compuestos orgánicos volátiles resultan más oxidados en el sistema en el sistema oxidado debido al mayor tiempo de contacto con el oxidante. Antes de usarlos cada vez, inspecciónense los tapones de los tubos de cultivo en busca de grietas en el revestimiento de TFE. Selecciónese el tamaño del tubo de cultivo para el grado de sensibilidad deseado. Utilícese el tubo de 25x150 mm para los muestras con bajo DQO porque permiten tratar un volumen mayor de la muestra.

2. Instrumental

- Vasos de digestión
- Bloque de calentamiento
- Horno o calentador de bloque
- Sellador de la ampolla.

3. Reactivos

- Solución de digestión de dicromato de potasio patrón 0,0167M: añádase a unos 500 ml de agua destilada 4,913 g de $K_2Cr_2O_7$, calidad para reactivos primaria, previamente secados a 103 °C durante 2 horas, 167 ml de H_2SO_4 conc. y 33,3 g de $HgSO_4$. disuélvase, enfríese a temperatura ambiente y dilúyase hasta 1000ml.

- Reactivo ácido sulfúrico: Añádase Ag_2SO_4 , de calidad para reactivo, en cristales o en polvo, a H_2SO_4 conc. en la proporción de 5,5 g de Ag_2SO_4 /kg de H_2SO_4 . Déjese reposar de 1 a 2 días para disolver Ag_2SO_4 .
- Solución indicadora de ferroína: Disuélvase 1,485 g de 1,10-fenantrolina mono hidrato y 0,695 g de $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada y dilúyase hasta 100 ml.
- Sulfato de amonio ferroso (FAS) patrón para titulación, aproximadamente 0,10M: Disuélvase 39,2 g de $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4) \cdot 2,6\text{H}_2\text{O}$ en agua destilada. Añádase 20 ml de H_2SO_4 conc. enfríese y dilúyase a 1 l. Estandarícese la solución a diario frente a la solución de digestión patrón de $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, como sigue:
Añádase los reactivos de acuerdo con la tabla 4. A un tubo de cultivo que contenga el volumen correcto de agua destilada sustituido por la muestra. Enfríese el tubo a temperatura ambiente y añádase 1 o 2 gotas de indicador de ferroína y titúlese con la solución de titulación se FAS.

$$\text{Molaridad del FAS} = \frac{V_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \cdot 0,0167\text{M}}{V_{\text{FAS}}} \cdot 0,10$$

- Ácido sulfámico: Necesario solo si debe eliminarse la interferencia por nitritos. (añádase 10mg de ácido sulfámico por cada mg de $\text{NO}_2\text{-N}$ presente en el volumen de muestra utilizada; añádase la misma cantidad de ácido sulfámico al vaso de reflujo que contenga el blanco de agua destilada)
- Patrón de Ftalato de Hidrógeno de potasio: tritúrese ligeramente y luego séquese el ftalato de hidrógeno de potasio ($\text{HOCC}_6\text{H}_4\text{COOK}$) a peso constante a 120°C . Disuélvase 0,425 g en agua destilada y dilúyase a 1 l. EL FHP tiene una DQO teórica de 1,176 mg O_2/mg y esta solución tiene una DQO teórica de 500 μg O_2/ml . Es estable hasta 3 meses cuando se congela en ausencia de crecimiento biológico visible.

Tabla 4. Cantidades de muestra y reactivos para varios vasos de digestión.

Vasos de digestión		Muestra ml	Solución de digestión ml	Reactivo ácido sulfúrico ml	Volumen total final ml
Tubos de cultivo	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
Ampollas estándar de 10 ml		2,5	1,5	3,5	7,5

4. Procedimiento

Lávense los tubos de cultivo y los tapones con H₂SO₄ al 20% antes de usarlos por primera vez para evitar la contaminación. Consúltese la tabla 4 para los volúmenes adecuados de reactivos y muestra. Colóquese la muestra en el tubo de cultivo o en la ampolleta y añádase la solución de digestión. Viértase con cuidado el ácido sulfúrico en el vaso, de forma que se cree una capa de ácido debajo de la capa de solución de digestión de la muestra. Apriétese bien el tapón de los tubos o ciérrese bien las ampollas, e inviértanse varias veces cada uno de ellos para mezclar completamente.

Precaución: Utilice máscara y protéjase las manos del calor producido cuando se mezcla el contenido del vaso. Mézclese por completo antes de aplicar calor para evitar el calentamiento local del fondo del vaso y una posible reacción explosiva.

Colóquese los tubos o las ampolletas en un digestor de bloque o un horno precalentado a 150°C y sométase a reflujo durante 2 horas. Enfríese a temperatura ambiente y colóquese los vasos en la rejilla de tubos de ensayo. Quítense los tapones de los tubos de cultivo y añádase una varilla de agitación magnética cubierta de TFE. Si se han utilizado ampollas, pásese el contenido a un vaso más grande para titulación. Añádase 1 o 2 gotas de indicador ferroina y agítese rápidamente en un agitador magnético mientras se titula con SAF 0,10M. El punto final es un marcado cambio de color de azul verdoso al marrón rojizo, aunque el azul verdoso puede volver a aparecer en pocos minutos. De la misma forma sométase a reflujo y titúlese un

blanco que contenga los reactivos y un volumen de agua destilada igual al de la muestra.

5. Calculo

$$DQO \text{ mgO}_2 / l = \frac{(A - B) * M * 8.000}{\text{ml de muestra}}$$

Dónde:

A= ml de FAS utilizados para el blanco.

B= ml de FAS utilizados para la muestra.

M= Molaridad del FAS.

6. Precisión y sesgo

Seis laboratorios ensayaron 60 muestras sintéticas que contenían ftalato hidrógeno de potasio y NaCl. A una DQO promedio de 195 mg O₂/l en ausencia de cloruro, la desviación estándar era de + 11 mg O₂/l (coeficiente de variación, 5,6%). A una DQO promedio de 208 mg O₂/l y 100 mg Cl-/l, la desviación estándar era ± 10 mg O₂/l (coeficiente de variación, 4,8%).

Bibliografía

Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16.. 1985 Requerimiento químico de oxígeno, Método 5220-C.

9. GRASAS Y ACEITES.

Introducción

En la determinación de aceites y grasas no se mide una cantidad absoluta de una sustancia específica. Más bien, se determinan cuantitativamente grupos de sustancias con características físicas similares sobre la base de su solubilidad común en triclorotrifluoroetano. "Aceite y Grasa" es cualquier material recuperado como sustancia soluble en triclorotrifluoroetano. Incluye otros materiales extraídos por el disolvente de una muestra acidificada (tales como los compuestos de azufre, ciertos tintes orgánicos, y la clorofila) y no volatilizados durante la prueba. Es importante que esta limitación se entienda con toda claridad. A diferencia de algunos componentes que representan elementos químicos, iones, compuestos o grupos de compuestos concretos, los aceites y las grasas se definen por el método utilizado para su determinación.

Los métodos presentados aquí son adecuados para los lípidos biológicos y los hidrocarburos minerales. Pueden ser también apropiados para la mayoría de las aguas residuales industriales o los efluentes tratados que contengan estos materiales, aunque la complejidad de la muestra puede dar resultados bajos o altos debido a la ausencia de especificidad analítica. El método no es aplicable para medir fracciones de bajo punto de ebullición que volatilizan a temperatura por debajo de 70°C.

1. Significado.

Ciertos componentes medidos por análisis de aceite y grasa pueden influir en los sistemas de tratamiento de las aguas residuales. Si se presentan en cantidades excesivas, pueden interferir con los procesos biológicos aerobios y anaerobios y llevar a reducir la eficiencia del tratamiento de las aguas residuales. Cuando son arrojados a las aguas residuales o al os efluentes tratados, pueden crear películas de superficie y depósitos de borde de playa que llevan a la degradación del ambiente.

Es útil conocer la cantidad de aceite y grasa presente, para el diseño y el funcionamiento adecuado de sistemas de tratamiento de aguas residuales y puede llamar también la atención de ciertas dificultades de tratamiento.

2. Selección del método.

Para las muestras líquidas, se presenta dos métodos: método de partición gravimétrica y método Soxhlet. Este último es el método de elección cuando hay fracciones relativamente polares, de petróleo pesado, o cuando los niveles de grasas no volátiles pueden amenazar el límite de solubilidad del disolvente. Para los niveles bajos de aceites y grasas (<10 mg/l), el método de partición infrarrojo es el de elección ya que los métodos gravimétricos no proporcionan la precisión necesaria.

3. Toma de muestra y almacenamiento.

Recójase una muestra representativa en una botella de cristal de boca ancha que haya sido aclarada con el disolvente para eliminar cualquier película de detergente, y acidúlese en el frasco de muestra. Recójase una muestra separada para hacer una determinación de grasas y aceites y no subdividir en el laboratorio. Cuando se requiera información sobre la concentración de grasa promedio durante un periodo largo, examínese las fracciones individuales recogidas en los intervalos de tiempo prescritos para eliminar pérdida de grasa en el equipo de toma de muestra durante la recogida de una muestra compuesta.

En cuanto a la toma de muestra de lodo, tómese todas las precauciones para obtener una muestra representativa. Cuando el análisis no puede realizarse inmediatamente, consérvase las muestras con 1 ml de HCl con/80g de muestra. No hay que conservar nunca las muestras con CHCl_3 o con benzoato de sodio.

9.1 METODO DE PARTICIÓN GRAVIMÉTICA

1. Discusión general.

- a. Principio: el aceite o la grasa disuelta o emulsionada es extraída del agua por íntimo contacto con el triclorotrifluoroetano. Algunas grasas y ácidos grasos especialmente no saturados, extraíbles, se oxidan con rapidez; en consecuencia, se incluyen precauciones especiales con respecto a la temperatura y desplazamiento de vapores del disolvente para reducir este efecto.
- b. Interferencias: El triclorotrifluoroetano tiene la capacidad de disolver no sólo aceites y grasas sino también otras sustancias orgánicas. Ningún disolvente conocido disolverá de forma

selectiva sólo aceites y grasas. La eliminación del disolvente tiene como resultado la pérdida de los hidrocarburos de cadena corta y aromáticos sencillos por volatilización. En este proceso se pierden cantidades significativas de destilados del petróleo desde la gasolina hasta el aceite combustible nº 2. Además, los residuos más pesados del petróleo pueden contener una porción significativa de los minerales que no son extraíbles con el disolvente.

4. Instrumental.

- a. Embudo de separación: 1 l, con llave de paso de TFE.
- b. Matraz de destilación: 125 ml
- c. Baño de agua.
- d. Papel de filtro: diámetro 11 cm (Whatman nº40 o equivalente)

5. Reactivos.

- a. Ácido clorhídrico, 1+1
- b. Triclorotrifluoroetano (Freón o equivalente): (1,1,2-tricloro-1,2,2-trifluoroetano), puro de ebullición 47°C. El disolvente no debe dejar residuos medibles al evaporar; destílese si es necesario. No se debe emplear tubos de plástico para transferir el disolvente entre los envases.
- c. Sulfato de sodio, Na_2SO_4 , cristal anhidro.

6. Procedimiento.

Recójase una muestra de un litro y márchese el nivel de la muestra en la botella para determinar después el volumen de la muestra. Acidifíquese hasta pH 2 o inferior; en general 5 ml de HCl es suficiente. Pásese a un embudo de separación. Aclárese con cuidado la botella de muestra con 30 ml de triclorotrifluoroetano y añádase los lavados de disolvente al embudo de separación. Es preferible agitar vigorosamente durante 2 minutos. Sin embargo, si se sospecha que se formará una emulsión estable, agítese con suavidad durante 5 a 10 minutos. Déjese que se separen las capas. Drénesse la capa de disolvente a través del embudo que contenga papel de filtro humedecido con el disolvente en un matraz de destilación limpio y tarado. Si no es posible obtener una capa clara de disolvente, añádase 1g de Na_2SO_4 si es necesario. Hágase 2 extracciones más con 30 ml de disolvente cada vez pero aclárese primero el envase de la muestra con cada fracción del disolvente. Combínese los extractos en el matraz de destilación tarado y lávese el papel de filtro con unos 10 a 20 ml de disolvente. Destílese el disolvente del matraz de

destilación en un baño de agua a 70°C. Colóquese durante 15 minutos y extráigase aire a su través aplicando el vacío durante el minuto final. Enfríese en un desecador durante 30 minutos y pésese.

7. Cálculo.

Si el disolvente orgánico está libre de residuos, la ganancia de peso del matraz de destilación tarado se debe principalmente al aceite y la grasa. La ganancia total de peso, A, del matraz tarado menos el residuo calculado, B, del blanco del disolvente es la cantidad de aceite y grasa de la muestra:

$$\text{Grasasy Aceites(mg/L)} = \frac{(A-B) * 1000}{m \text{ de muestra}}$$

8. Precisión y sesgo.

El método fue ensayado por un solo laboratorio en una muestra de agua cloacal. Por este método la concentración de aceite y grasa fue de 12,6 mg/l. cuando se dosificaron fracciones de 1l de aguas cloacales con 14 mg de una mezcla de aceite combustible nº 2 y aceite Wesson, la recuperación de los aceites añadidos fue de 93% con una desviación estándar de 0,9 mg.

9.2 MÉTODO EXTRACCIÓN DE SOXHLET.

1. discusión general.

- a. Principio: los jabones metálicos solubles son hidrolizados por acidificación. Sólo los aceites y las grasas sólidas o viscosas presentes se separan en las muestras líquidas por filtración. Después de la extracción en un aparato Soxholet con triclorotrifluoroetano, se pesa el residuo que queda después de la evaporación del disolvente para determinar el contenido en aceite y grasa. Los compuestos que volatilizan a, o por debajo de, 103 °C se perderán cuando se seque el filtro.
- b. Interferencia: El método es completamente empírico y puede obtenerse resultados duplicados sólo con ajustes de forma estricta a todos los detalles. Por definición, cualquier material recuperado es aceite y grasa, por lo cual cualquier sustancia soluble en triclorotrifluoroetano filtrable, tal como el elemento azufre y ciertos

tintes orgánicos, serán extraídos como aceite y grasa. La velocidad y el tiempo de extracción en el aparato Soxholet debe ser exactamente lo especificado debido a la variable solubilidad de las diferentes grasas. Además, la duración del tiempo requerido para secar y enfriar el material extraído no puede ser alterada. Puede que haya un incremento gradual en el peso, debido presumiblemente a la absorción de oxígeno, y/o una pérdida gradual de peso debida a la volatilización.

2. Instrumentos.

- a. Aparato de extracción: Soxholet.
- b. Bomba de vacío: U otra fuente de vacío.
- c. Embudo Buchner: 12 cm
- d. Funda de calentamiento eléctrico.
- e. Dedal de extracción: 11 cm de diámetro. (Whatman nº 40 o equivalente)
- f. Disco de muselina: 11 cm de diámetro.

3. Reactivos.

- a. Ácido clorhídrico 1+1
- b. Triclorotrifluoroetano.
- c. Suspensión de ayuda al filtro de sílice de diatomeas: 10g/l de agua destilada.

4. Procedimiento.

Tómese alrededor de 1 l de muestra en un frasco de vidrio de boca ancha y márchese el nivel de la muestra en la botella para determinar después el volumen de la muestra. Acidúlese a pH 2 o inferior; por lo general 5 ml de HCl es suficiente. Pásese un filtro que consista en un disco de muselina cubierto con papel de filtro. Humedezca el papel y la muselina y dóblese los bordes del papel. Utilizando el vacío, pásense 100ml de suspensión de ayuda al filtro a través del filtro y lavar con 1 l de agua destilada. Filtre la muestra acidificada. Aplíquese vacío hasta que no pase más agua por el filtro. Utilizando pinzas pásese el papel de filtro a un vidrio de reloj, añada material adherente a los bordes del disco de muselina. Enjuáguese los lados y el fondo del vaso de recogida y del embudo Buchner con trozos de papel de filtro empapado en disolvente, teniendo cuidado de extraer todas las películas causada por la grasa y recójase todo el material sólido. Añádanse todos los pedazos de papel de filtro al vidrio de reloj. Enrólese todo el papel de filtro que contenga muestra y encájese en

un dedal de extracción del papel. Añádase cualquier muestra de material que quede en el cristal de reloj. Enjuáguese el vidrio de reloj con un papel de filtro empapado en disolvente y colóquese en el dedal de extracción del papel. Séquese el dedal lleno en un horno de aire caliente a 103°C durante 30 minutos. Llénese el dedal con lana de vidrio o pequeñas cuentas de vidrio. Pésese el matraz de extracción. Extráigase el aceite y la grasa en un aparato Soxhlet, utilizando triclorotrifluoroetano a una velocidad de 20 ciclos/h durante 4 horas. Regúlese el tiempo desde el primer ciclo. Destílese el disolvente del matraz de extracción en un baño de agua a 70°C. Colóquese el matraz en baño maría a 70°C durante 15 minutos y arrástrese el aire a su través aplicando el vacío durante el último minuto. Enfríese en un desecador durante 30 minutos y pésese.

5. Cálculo.

$$\text{Grasasy Aceites(mg/L)} = \frac{(A-B) * 1000}{m \text{ de muestra}}$$

6. Precisión y sesgo

Por este método la concentración de aceite y grasa fue de 14.8 mg/l. cuando se dosificaron fracciones de 1l de aguas cloacales con 14 mg de una mezcla de aceite combustible nº 2 y aceite Wesson, la recuperación de los aceites añadidos fue del 88% con una desviación estándar de 1,1 mg.

Bibliografía

Standard Methods, for the examination of water and wastewater. Edition 16. Publicado por la APHA.1985 Determinación Grasas y aceites, Métodos 5520 B/D.

MANUAL DE SEGURIDAD E HIGIENE



LABORATORIO DE AGUAS
UNIVERSIDAD SURCOLOMBIANA





CONTENIDO

INTRODUCCIÓN	3
OBJETIVO.....	4
1. RIESGOS.....	5
1.1 CLASE DE RIESGOS.....	5
1.1.1 Riesgo Mecánico.....	5
1.1.2 Riesgo Químico.....	6
1.1.3 Riesgo Biológico.....	8
1.1.4 Riesgo Eléctrico.....	9
2. RIESGO EN EL MANEJO DE RESIDUOS	11
2.1 Segregación y separación de residuos	12
2.2 Manejo de Residuos No Peligrosos	13
2.3 Manejo de Residuos Peligrosos (Tratamiento)	13
2.3.1 Ácidos:.....	16
2.3.2 Bases (Hidróxidos):.....	17
2.3.3 Alcoholes y Acetona:	17
2.3.4 Acetatos:	17
2.3.5 Cianuro de Potasio:.....	17
2.3.6 Cianuro de Sodio:.....	18
2.3.7 Cloruro de amonio:.....	18
2.3.8 Cloruro de Mercurio Saturado:	18
2.3.9 Cloruro estanoso:.....	18
2.3.10 Cromato y dicromato de potasio:	19



2.3.11 Difenilamina en HCl:	19
2.3.12 EDTA:.....	19
2.3.13 Nitrato de mercurio:.....	19
2.3.14 Nitrato de plomo:	20
2.3.15 Oxido de plomo:.....	20
2.3.16 Peróxido de hidrógeno:.....	20
2.3.17 Sulfuro de amonio:	20
2.4 Entrega a una empresa especializada en el manejo de residuos.	21
2.5 Etiquetado de frascos contenedores de sustancias químicas y residuos peligrosos.	21
3. RIESGO EN LEVANTAMIENTO DE PESOS	22
3.1 Considerar seis elementos a la hora de levantar un peso:	22
3.2 Depositar las cargas adecuadamente:	23
3.3 Zona de trabajo adecuada:	23
4. RIESGO POR INCENDIOS.....	24
4.1 INCENDIOS:	24
4.2 EXTINTORES:.....	25
4.3 MODO DE EMPLEO DEL EXTINTOR:	26
4.4 PRECAUCIONES:	28
5. RECOMENDACIONES EN LA LIMPIEZA GENERAL EN MATERIALES, MOBILIARIO Y EQUIPO DE LABORATORIO	29
6. PLAN DE CONTINGENCIA	30
ANEXO 1	31

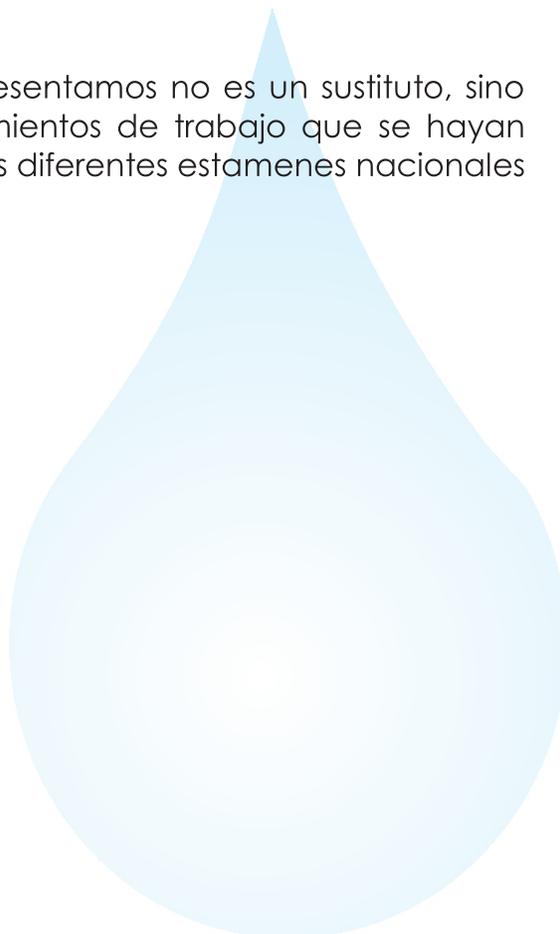
INTRODUCCIÓN

Las funciones misionales de las instituciones de educación superior son la docencia, la investigación y la proyección social.

Los aspectos prácticos de estas actividades se llevan a cabo en los laboratorios y talleres, y es en este entorno de trabajo donde se generan los principales factores de riesgo que pueden llegar a afectar negativamente las condiciones de seguridad y salud de los trabajadores ya sea profesores, estudiantes o investigadores, a corto o mediano plazo, por lo tanto, el objetivo del presente manual es aportar una serie de criterios aplicables a estos factores de riesgos que pueden estar relacionados con el desarrollo de dichas actividades.

Es conveniente leer detenidamente y conocer los principios que a continuación se exponen, ya que son de carácter universal, y al ser aplicados desde el inicio, pueden prevenir gran parte de los posibles problemas de seguridad que pudiesen generarse al llevar a cabo una actividad.

No obstante, la información que presentamos no es un sustituto, sino un complemento para los procedimientos de trabajo que se hayan establecido por la institución y por los diferentes estamentos nacionales e internacionales.





OBJETIVO

Las actividades prácticas que se llevan a cabo en los laboratorios conllevan en determinados casos un nivel de riesgo intrínseco, dependiendo del tipo de tarea que se esté desarrollando.

El material que se expone en el presente documento tiene como objetivo fundamentar:

- Por una parte, facilitar al personal que diseña, instruye y supervisa las actividades prácticas en el laboratorio con una serie de preceptos en que basarse para alcanzar la disminución de los niveles de riesgo en las tareas que puedan ser desarrolladas, introduciendo acciones preventivas en las propias prácticas que se desarrollan.
- Por otra parte, facilitar la transmisión hacia el personal, de información inmediatamente útil (la cual preferentemente, debería estar contenida en el Manual de Procedimientos Técnicos), y un conjunto de conocimientos de “cultura de la prevención” que pueda ser exportado hacia aquellos sectores en los que se desarrolle su actividad profesional en el futuro.



1. RIESGOS

Es la probabilidad de ocurrencia de un evento. Ejemplo de ello es el riesgo de una caída.

1.1 CLASE DE RIESGOS.

Debido a la naturaleza de las actividades que se realizan en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana, a continuación se muestran los tipos de riesgos más relevantes que se deben tener en cuenta en dichas actividades.

1.1.1 Riesgo Mecánico

Definición

Riesgo mecánico es aquel que en caso de no ser previsto adecuadamente puede producir lesiones corporales tales como cortes, abrasiones, punciones, contusiones, golpes por objetos desprendidos o proyectados, atropellamientos, aplastamientos, quemaduras, entre otros. También se incluyen los riesgos de explosión derivables de accidentes vinculados a instalaciones a presión.

El riesgo mecánico puede producirse en toda operación que implique manipulación de herramientas manuales (motorizadas o no), maquinaria (p. ej.: fresadoras, lijadoras, tornos, taladros, prensas entre otros), manipulación de vehículos, utilización de dispositivos de elevación (grúas, puentes poleas, palancas, y demás).

Recomendaciones generales

- Cerciórese, antes de su uso, de que los equipos no tienen removidos los dispositivos de seguridad, enclavamiento y emergencia. Bajo ningún concepto, excepto en operaciones de reparación y mantenimiento con el equipo desconectado, no deben quitarse nunca estos dispositivos de seguridad y utilizar los adecuados a la operación del equipo.
- Atender a la señalización de seguridad (pictogramas) que marca los riesgos potenciales de los lugares de trabajo.
- No fumar, comer o beber durante la realización de los procedimientos y análisis. Llevar el pelo corto o recogido y no llevar prendas (corbatas, bufandas, pañuelos colgantes, pulseras, anillos, entre otros).
- Conocer y aplicar los procedimientos de trabajo de que se disponga en el Laboratorio.
- Mantener limpio y ordenado el lugar y puesto de trabajo: Equipos, suelos y paredes libres de desechos, derrames o papeles. Si como resultado de las operaciones que Ud. lleva a cabo se genera algún residuo, favor de retirarlo cuidando de dejar el área de trabajo limpia.
- En ningún caso adopte actitudes peligrosas o temerarias a la hora de manipular equipos o utensilios en el Laboratorio.

1.1.2 Riesgo Químico

Definición

Riesgo químico es aquel susceptible de ser producido por una exposición no controlada a agentes químicos. Entenderemos por agente químico cualquier sustancia que pueda afectarnos directa o indirectamente (aunque no estemos efectuando nosotros mismos las tareas).



Una sustancia química puede afectarnos a través de tres (3) vías: inhalatoria (respiración – esta es, con muchísima diferencia, la principal), ingestión (por la boca), dérmica (a través de la piel).

El riesgo químico puede presentarse en cualquier tarea que implique manipulación de sustancias químicas (no hace falta que la estemos desarrollando personalmente): Realización de actividades docentes y de investigación en laboratorios donde se manipulan reactivos químicos, operaciones básicas (destilaciones, rectificaciones, extracciones), limpiezas con productos químicos, entre otros...

Recomendaciones generales

- Se debe leer la etiqueta y consultar la hoja de datos de seguridad de los productos antes de su utilización.
- No se debe utilizar nunca ningún reactivo al cual le falte la etiqueta del frasco.
- Antes de transvasar, se deben etiquetar adecuadamente los frascos y recipientes a los que se trasvase algún producto o donde se hayan preparado mezclas, identificando su contenido, a quién pertenece y la información sobre su peligrosidad (reproducir etiquetado original).
- Siga los procedimientos de trabajo establecidos en su Manual de Procedimientos Técnicos sobre las tareas que se va a realizar.
- Trabajar siempre con los sistemas de extracción y renovación mecánica de aire conectados.
- Utilizar siempre campanas de gases para todas aquellas operaciones en las que se manipula sustancias volátiles o nebulizadas ya que generalmente éstas pueden ser muy tóxicas, carcinógenas, mutágenas y alérgicas.



- Utilizar siempre los Equipos de Protección Individual que se requiera: como mínimo protección ocular (gafas/pantallas faciales) y tipo de

guantes para manejo de materiales calientes o de látex en caso de materiales biológicos infecciosos.

- Asegurar la desconexión de equipos, agua, y especialmente de gas al finalizar las actividades.
- No se trabajará NUNCA solo en el Laboratorio (**BAJO NINGÚN CONCEPTO**).
- Nunca se efectuará actividad alguna no autorizada o no supervisada convenientemente. Durante el desarrollo de las prácticas no se permitirá la visita de personas ajenas a ésta a menos que tengan algún asunto expreso autorizado por el encargado del Laboratorio.
- En el Laboratorio utilice siempre **bata** blanca de algodón abotonada.
- Se mantendrá el máximo orden y limpieza posibles dentro del Laboratorio (tanto en el ámbito de comportamiento personal, como en lo referente al material. La siguiente relación siempre se verifica: DESORDEN = POCA SEGURIDAD.

1.1.3 Riesgo Biológico

Definición

Riesgo biológico es aquel susceptible de ser producido por una exposición nocontrolada a agentes biológicos. Entenderemos por agente biológico cualquier microorganismo ("microbio") y sus excreciones, cultivo celular o endoparásito humano capaz de producir enfermedades, infecciones, alergias, o toxicidad.

Existe riesgo biológico en los laboratorios donde se trabaja con microorganismos, cultivos celulares, se experimenta con animales.

Recomendaciones generales

- Se delimitará y señalizará las zonas de trabajo.
- Se extremará la higiene personal, lavándose las manos antes y después de cada tarea.
- La manipulación de cualquier muestra se efectuará siempre con guantes y con gafas o pantallas anti salpicaduras. Cuando menos mascarillas contra vapores.
- Toda muestra se transportará siempre en recipiente con tapa ajustable y cierre hermético que impida la salida de fluidos y vapores.

1.1.4 Riesgo Eléctrico

Definición

Riesgo eléctrico es aquel susceptible de ser producido por instalaciones eléctricas, partes de las mismas, y cualquier dispositivo eléctrico bajo tensión, con potencial de daño suficiente para producir fenómenos de electrocución, quemaduras, y muerte.

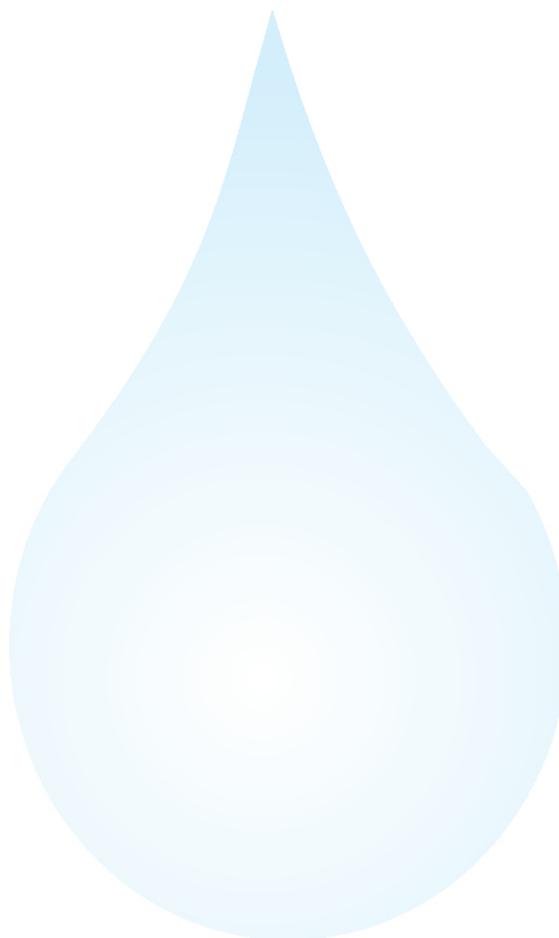
El riesgo eléctrico puede presentarse en cualquier tarea que implique manipulación o maniobra de instalaciones eléctricas de baja, media y alta tensión, operaciones de mantenimiento de este tipo de instalaciones, reparación y uso de aparatos eléctricos, utilización de equipo eléctrico en entornos para los cuales no ha sido diseñado el dispositivo (ambientes húmedos y/o mojados) y mal mantenimiento, etc.

Recomendaciones generales

- Confiar el mantenimiento al personal competente. Evitar los arreglos provisionales.



- No utilizar una sola toma de corriente para varias clavijas, ya que se puede producir un calentamiento de los cables y como consecuencia un incendio de origen eléctrico. Utilizar torretas para este fin.



2. RIESGO EN EL MANEJO DE RESIDUOS

La Ley 1252 del 27 de Noviembre de 2008 define como materiales peligrosos a los:

Elementos, sustancias, compuestos, residuos o mezclas de ellos que, independientemente de su estado físico, representen un riesgo para el ambiente, la salud o los recursos naturales, por sus características. Los residuos se conciben como: *Residuos No Peligrosos* y *Residuos Peligrosos*, éstos a su vez tienen un impacto ambiental: Calidad del agua, Calidad del suelo y Calidad del aire.

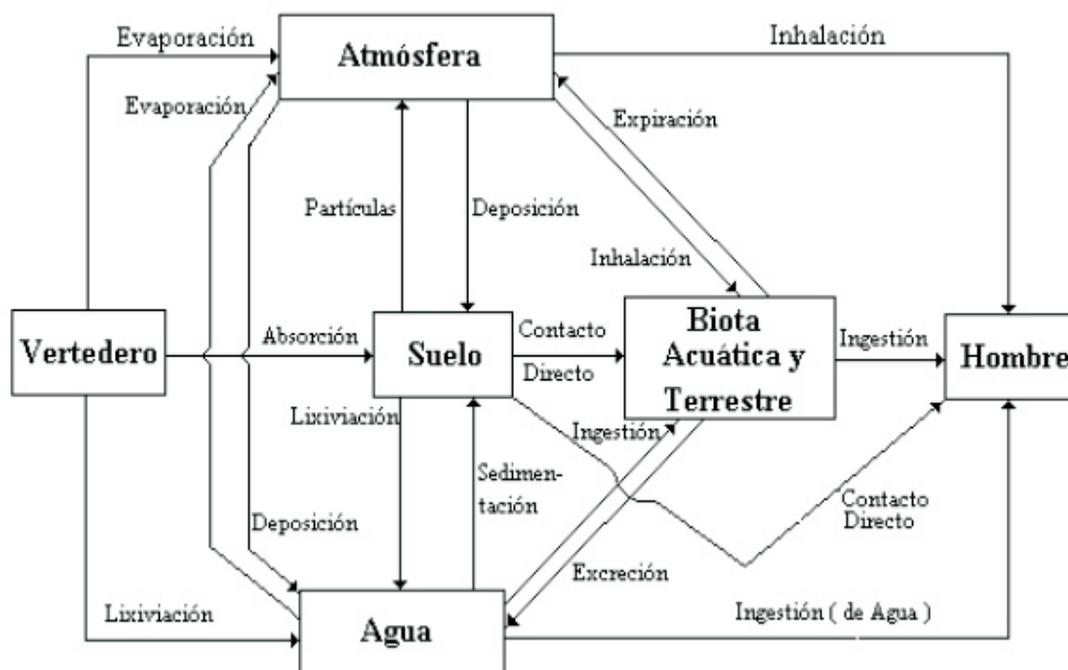


Figura 1. Rutas de Propagación.

Residuos no peligrosos: Son aquellos producidos por el generador en cualquier lugar y en desarrollo de su actividad, que no presenta ningún riesgo para la salud humana y/o el medio ambiente; se consideran en este grupo los residuos biodegradables, reciclables, inertes y ordinarios o comunes.

Residuos peligrosos: Son aquellos residuos producidos por el generador con algunas de las siguientes características: infecciosas, combustibles, inflamables, explosivos, reactivos, radioactivos, volátiles, corrosivos y/o tóxicos, que pueden causar daño a la salud humana y/o al medio ambiente. Así mismo se consideran peligrosos los envases, empaques y embalajes que hayan estado en contacto con ellos. Estos se clasifican en:

- Residuos infecciosos o de riesgo biológico.
- Residuos químicos.
- Fármacos parcialmente consumidos y/o vencidos.
- Cito tóxicos.
- Metales pesados.
- Reactivos.
- Contenedores presurizados.
- Aceites usados.

- Residuos radioactivos.

Para el manejo, tratamiento y eliminación de residuos generados en los laboratorios, son utilizados varios métodos, entre los cuales se pueden observar: Enterrarlos (Terraplenes de seguridad), Incineración, Reciclaje, Almacenaje de larga duración, Tratamientos Físicos, Tratamientos Químicos y/o Biológicos. Para ello, se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones:

2.1 Segregación y separación de residuos

- Controlar y disminuir el consumo de insumos (reactivos, materiales, agua, entre otros) en cada uno de los laboratorios.
- Segregar en la fuente los residuos según lo establecido en la Tabla 1; para los residuos sólidos se dispondrá de dos tipos de bolsas: negras y rojas; estas bolsas serán recolectadas por la dependencia correspondiente.

- Si se requiere hacer una desactivación previa de un residuo, el Laboratorio debe hacerse responsable de aplicar el procedimiento establecido para el tipo de residuos especiales del que se trate.

2.2 Manejo de Residuos No Peligrosos

La disposición de residuos no peligrosos a través de basura o sistema de alcantarillado puede ser apropiado bajo determinadas condiciones:

- Hay residuos que no son peligrosos ni bioacumulables, y que se biodegradan rápidamente, por lo que se pueden verter por el desagüe de forma controlada, en pequeñas cantidades, teniendo en cuenta que en **ningún momento** se superen los **límites establecidos** en la Norma Oficial Colombiana.
- Se utiliza una unidad de descarga a alcantarillado para registrar los residuos descargados. Esta unidad como mínimo debe contener el nombre químico del residuo **no peligroso**, su concentración al descargarlo, cantidad descargada, fecha y hora de descarga, pH (si es aplicable), y el o los nombres de quienes descargan. Esta unidad deberá reflejar todos los residuos no peligrosos descargados en el período de un año. La unidad debe mantenerse cerca de un punto de descarga a alcantarillado.

2.3 Manejo de Residuos Peligrosos (Tratamiento)

El tratamiento en el punto de generación, en el Laboratorio, de los residuos químicos peligrosos es consistente con el fin de minimizar los riesgos para la salud humana y para el medio ambiente. El tratamiento en el Laboratorio reduce o elimina las características que hacen de un residuo químico, un residuo peligroso. Los pasos del tratamiento que están incluidos

Como parte del procedimiento de Laboratorio no necesitan ser autorizados, pero a veces se requiere de la supervisión del especialista en manejo de residuos peligrosos.

Normalmente se verterán en el desagüe las soluciones acuosas con metanol, etanol y las **soluciones diluidas** de los siguientes compuestos:

Orgánicos: acetatos (Ca, Na, $\text{NH}_4 + \text{K}$), almidón, aminoácidos y sus sales, ácido cítrico y sus sales de Na, K, Mg, Ca y NH_4 , ácido láctico y sus sales de Na, K, Mg, Ca y NH_4 , azúcares, ácido acético, glutaraldehído, formaldehído, entre otros.

Inorgánicos: carbonatos y bicarbonatos (Na, K), cloruros y bromuros de (Na, K), carbonatos (Na, K, Mg, Ca, Sr, Ba, NH_4), fluoruros (Ca), yoduros (Na, K), óxidos (B, Mg, Ca, Al, Si, Fe), silicatos (Na, K, Mg, Ca), sulfatos (Na, K, Mg, Ca y NH_4), acetatos (Ca, Na, NH_4 , K) y clorito de sodio.

La siguiente tabla, muestra los diferentes tipos de residuos generados en el Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana, la forma adecuada de almacenamiento y disposición final, así como la simbología utilizada para su identificación.

Tabla No. 1 Segregación y desactivación de los residuos generados en el laboratorio.

RESIDUO	TIPO DE RECIPIENTE EN EL QUE SE DEBE DISPONER Y ETIQUETA DE IDENTIFICACION	DISPOSICION Y/O DESCATIVACION
Ordinarios comunes o Residuos sólidos de oficinas, pasillos, áreas comunes, cafeterías y demás áreas de uso general.	Bolsa Negra o común	Son recolectados por la dependencia correspondiente en el ramo de recolección de basura.

<p>Residuos ácidos o básicos.</p> <p>Residuos líquidos provenientes de sustancias con carácter ácido o alcalino.</p>	<p>Almacenar en recipientes Plásticos.</p> 	<p>Estos residuos se deben neutralizar con una base o ácido débil según sea el caso, hasta obtener un pH cercano a la neutralidad y verter al alcantarillado si no contiene una sustancia tóxica.</p>
<p>Solventes.</p> <p>Residuos de solventes como hidrocarburos, alcoholes, ésteres, cetonas, orgánicos clorados, entre otros.</p>	<p>Almacenar en recipientes de vidrio, metálicos o de un material apropiado según las características de la sustancia.</p> 	<p>Si es posible se puede destilar y reutilizar en el laboratorio; sino es posible se debe entregar a una empresa especializada para que los recupere o lo incinere.</p>
<p>Residuos de compuestos Inorgánicos.</p> <p>Corresponde a residuos de sustancias que contengan concentraciones de aniones como nitritos, nitratos, amonio, sulfatos, cloruros, entre otras, con concentraciones</p>	<p>Almacenar en garrafas Plásticas.</p> 	<p>Si no es posible hacer un tratamiento o desactivación de estos residuos, se deben entregar a una compañía para que los disponga. No se deben diluir estos residuos con el fin de cumplir la norma.</p>

<p>elevadas o que superen los parámetros establecidos por la norma oficial.</p>		
<p>Metales pesados.</p> <p>Se hace referencia a cualquier residuo líquidos que contenga metales como mercurio, plomo, cadmio, níquel, cobalto, estaño, bario, cromo, antimonio, vanadio, zinc, plata, selenio, arsénico, entre otros.</p>	<p>Se deben disponer en envases plásticos.</p> 	<p>Se puede hacer un tratamiento por precipitación o floculación de los metales. Si no se hace un tratamiento previo, se deben entregar a una empresa especializada para que los disponga. Los lodos resultantes de la precipitación se deben desactivar mediante encapsulamiento con cal u otro tratamiento adecuado y enviarlos a confinamiento.</p>

En la tabla anterior, se mostraron algunos métodos generales para disposición de una diversa variedad de residuos, a continuación, se muestran algunos métodos para tratamiento más detallados de acuerdo a la naturaleza del residuo, útiles para su desactivación.

2.3.1 Ácidos:

Una vez colectados los residuos, se procederá a diluir éstos con agua de la llave. Se puede iniciar haciendo pruebas con una muestra pura y diluirla con agua. Por lo mínimo, esta dilución deberá hacerse con relación de 1:100 de agua. Una vez diluido, se neutralizará con hidróxido de sodio (NaOH) al 10% en peso, hasta alcanzar un pH entre 5 y 7. Con esto, estará listo para verter en la alcantarilla. Peligro: Calor y vapores son generados durante este procedimiento. Realizar este procedimiento en una campana de vapores con el apropiado equipo de protección personal. Varias quemaduras podrían resultar si se utiliza inapropiadamente el equipo de protección personal.

2.3.2 Bases (Hidróxidos):

Al término de la práctica, todos los residuos que sean hidróxidos que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después neutralizar con ácido sulfúrico 10% en peso hasta alcanzar un pH entre 5 y 7. Con esto está listo para verter en la alcantarilla.

Peligro: Calor y vapores son generados durante este procedimiento. Realizar este procedimiento en una campana de vapores con el apropiado equipo de protección personal. Varias quemaduras podrían resultar si se utiliza inapropiadamente el equipo de protección personal.

2.3.3 Alcoholes y Acetona:

Cuando se tienen residuos de este tipo, la recomendación es incinerarlos en plantas apropiadas. Por lo que se recolectará en un centro de acopio por el laboratorista llenando la documentación correspondiente.

2.3.4 Acetatos:

El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después neutralizar con ácido sulfúrico 10% en peso hasta alcanzar un pH entre 5 y 7. Con esto está listo para verter en la alcantarilla.

2.3.5 Cianuro de Potasio:

El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después agregar NaOH 5%, y luego NaClO concentrado 10-12% en exceso. Se deja estar toda una noche y luego se verterá a la alcantarilla.

2.3.6 Cianuro de Sodio:

El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después agregar NaOH 5% y luego NaClO concentrado 10-12% en exceso. Se deja estar toda una noche y luego se verte al alcantarillado.

2.3.7 Cloruro de amonio:

Al término de la práctica, todos los residuos de cloruro de amonio que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después neutralizar con ácido sulfúrico 10% hasta alcanzar un pH entre 5 y 7. Después de esto se puede verter al alcantarillado.

2.3.8 Cloruro de Mercurio Saturado:

Al término de la práctica, todos los residuos de cloruro de mercurio saturado que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. En el caso de que haya mercurio metálico derramado, éste se mezcla con azufre en polvo y se revuelve para su conversión en HgS, para el tratamiento de los compuestos de Hg, éstos se vierten sobre un exceso de solución de NaOH 5% y luego se agrega una solución de Na₂S 10-20%. Se filtra el precipitado de HgS y se seca al aire. Se guarda en recipientes herméticos de vidrio, que se introducen, rodeados de arena, en recipientes de polietileno para depositarlos en sitios autorizados.

2.3.9 Cloruro estanoso:

Al término de la práctica, todos los residuos de cloruro estanoso que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. Para su tratamiento, se requiere rociar los residuos de cloruro estanoso sobre una capa gruesa de una mezcla de Na₂CO₃ y cal apagada. Se mezcla y atomiza agua. Se neutraliza y se vierte al desagüe.

2.3.10 Cromato y dicromato de potasio:

Para su tratamiento, se mezclan estos residuos con exceso de Na_2SO_3 sólido, luego se adiciona con agitación y después de 3-4 horas se agrupa con cuidado una pequeña cantidad de ácido sulfúrico diluido. Cuando todo el cromo está como Cr^{3+} , se adiciona NaOH para que precipite como hidróxido. Se filtra y el filtrado se agrega Na_2SO_3 y luego NaOH para asegurarse de tener todo el cromo en forma insoluble. El precipitado de cromo se filtra, se seca al aire y se guarda en recipientes de polietileno. Se deposita en sitio previamente autorizado.

2.3.11 Difenilamina en HCl:

Al término de la práctica, todos los residuos de difenilamina en HCl que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. Para su tratamiento, los residuos de difenilamina se neutralizan con H_2SO_4 5-10% y luego se vierten en el alcantarillado. Las que requieren ser destruidas (cancerígenas) se incineran o tratan con KMnO_4 en H_2SO_4 , previa disolución con ácido ascórbico, se neutraliza y se vierte al alcantarillado.

2.3.12 EDTA:

Al término de la práctica, todos los residuos de EDTA que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después neutralizar con hidróxido de sodio 10 % hasta alcanzar un pH entre 5 y 7. Después de esto, se puede verter al alcantarillado o se incineran.

2.3.13 Nitrato de mercurio:

Al término de la práctica, todos los residuos de nitrato de mercurio que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. En el caso de que haya mercurio metálico derramado, éste se mezcla con azufre en polvo y se revuelve para su conversión en HgS , para el tratamiento de los compuestos de Hg , éstos se vierten sobre un exceso de solución de NaOH 5% y luego se agrega una solución de Na_2S 10-20%. Se filtra el precipitado de HgS y

se seca al aire. Se guarda en recipientes herméticos de vidrio, que se introducen, rodeados de arena, en recipientes de polietileno para depositarlos en sitios autorizados.

2.3.14 Nitrato de plomo:

Al término de la práctica, todos los residuos de nitrato de plomo que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. Su tratamiento se realiza vertiendo dichos residuos sobre un exceso de solución de NaOH 10%, a la cual se adiciona Na_2S 10%. Se agita, se filtra el precipitado, se seca y se guarda en recipientes de polietileno para trasladarlos a un depósito autorizado.

2.3.15 Oxido de plomo:

Al término de la práctica, todos los residuos de óxido de plomo que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. Su tratamiento se realiza vertiendo dichos residuos sobre un exceso de solución de NaOH 10%, a la cual se adiciona Na_2S 10%. Se agita, se filtra el precipitado, se seca y se guarda en recipientes de polietileno para trasladarlos a un depósito autorizado.

2.3.16 Peróxido de hidrógeno:

Al término de la práctica, todos los residuos de peróxido de hidrógeno que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. El tratamiento se proporcionará diluyendo éstos residuos con agua de la llave, para después agregar cloruro férrico sólido a la solución para acelerarla la descomposición. Se deja estar una noche y luego se vierte en el alcantarillado. Aprobación revisión.

2.3.17 Sulfuro de amonio:

Todos los residuos de sulfuro de amonio que se hayan generado deben ser colectados en su contenedor correspondiente. El tratamiento se proporcionará agregando los residuos de sulfuro de amonio lentamente sobre una solución de NaClO al 10%, con agitación; se vierte la mezcla en el alcantarillado.

2.4 Entrega a una empresa especializada en el manejo de residuos.

Los residuos que no se pueden minimizar ni verter por el desagüe se debendesactivar, segregar, envasar y almacenar temporalmente, hasta que se entreguen, a una empresa especializada en el manejo y tratamiento de residuos; en tal caso los recipientes donde se guarden los residuos deben estar debidamente clasificados e identificados por medio de un sello adhesivo o etiqueta de identificación.

2.5 Etiquetado de frascos contenedores de sustancias químicas y residuos peligrosos.

Las botellas de vidrio, así como los recipientes plásticos, ya sea que contentan algún tipo de sustancia química o residuo peligroso, deberán tener la siguiente etiqueta de identificación, llenada por la persona responsable de acuerdo a las características de la sustancia en cuestión.

NOMBRE:	
FORMULA:	
PM:	
FECHA DE ENVASE:	
CONCENTRACION:	
LABORATORIO:	
COLOR DE ALMACENAMIENTO <input type="text"/>	

Esta etiqueta debe llenarse de acuerdo a las especificaciones que en ella se pide la sustancia química o residuo. Dentro del rombo de colores, se colocan los números del código Winkler correspondientes al grado de peligrosidad y daños a la salud del residuo o sustancia en cuestión.

3. RIESGO EN LEVANTAMIENTO DE PESOS

A veces es necesario desplazar o mover algún objeto pesado: muebles, ordenadores, cajas, entre otros.

Una manipulación inadecuada puede producir lesiones, ya sean puntuales o acumulativas. Estas son:

- Lumbalgias.
- Hernias.
- Desgarramientos.
- Ciática.
- Lesiones de vértebras.
- Golpes en diversas partes del cuerpo.
- Caída del peso a los pies.

Para reducir la posibilidad de lesionar la espalda, debemos aplicar las siguientes normas de seguridad:

No levantar más que la carga que admita la capacidad de cada individuo.

Agacharse para agarrar la carga. NO DOBLAR LA ESPALDA.

3.1 Considerar seis elementos a la hora de levantar un peso:

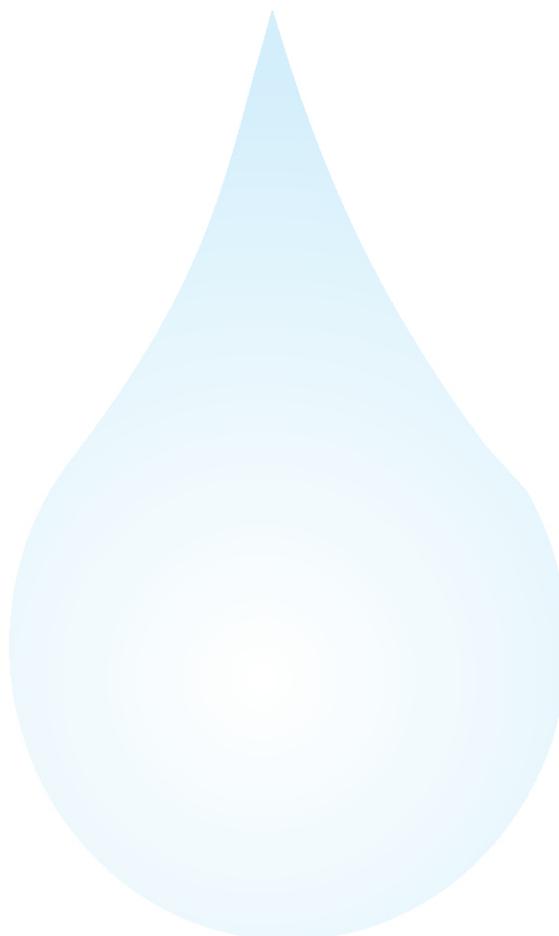
- Abrir las piernas ligeramente y colocar los pies rodeando la carga a levantar.
- Flexionar las piernas y mantener la espalda derecha, no necesariamente vertical.
- Mantener la barbilla cerca del cuerpo. No estirar el cuello.
- Utilizar las palmas de las manos para agarrar fuertemente la carga procurando seguir el contorno de la carga.
- Situar los codos pegados al cuerpo y efectuar el levantamiento con la fuerza de la musculatura de los muslos, nunca con los de la espalda.
- Acercar el cuerpo a la carga para centralizar el peso.

3.2 Depositar las cargas adecuadamente:

- Realizar la operación de bajada considerando las mismas recomendaciones que para elevarlas.
- No arrojar las cargas de cualquier modo.
- No curvar la espalda; utilizar el mismo sistema de levantamiento de cargas pero a la inversa.

3.3 Zona de trabajo adecuada:

- Asegurarse de que la zona por donde transitarán los operarios con la carga esté libre de objetos mal colocados o basura.



4. RIESGO POR INCENDIOS

Una importante recomendación en este tema es procurar que el personal y usuarios conozcan el lugar de trabajo, es decir: conocer qué extintores tiene y para qué tipo de fuego están indicados, así como su utilización y ubicación también saber cuáles son las salidas de emergencia.

4.1 INCENDIOS:

En la siguiente tabla se recogen los principales agentes extintores y su eficacia según el tipo de fuego, así como las recomendaciones de uso: Los incendios se clasifican de acuerdo al tipo de objetos o materiales que se queman.

Tipo de incendio	Características	Prevención
CLASE A 	Combustibles corrientes tales como madera, papel, tela, goma o ciertos plásticos.	Asegúrese de tener las áreas de trabajo libres de basura y vacíe los recipientes de basura diariamente.
CLASE B 	Gases y líquidos inflamables o combustibles tales como gasolina, keroseno, pintura, disolventes de pintura, solventes orgánicos, propano.	Use los líquidos inflamables en áreas ventiladas o alejados de cualquier fuente productora de chispa. Y mantenga los líquidos inflamables cerrados herméticamente a prueba de derrame.

<p>CLASE C</p> 	<p>Equipo eléctrico energizado como aparatos eléctricos, electrónicos, interruptores, herramientas eléctricas.</p>	<p>eléctrico tales aparatos Revise cables viejos o dañados, partes sueltas o partidas, ,nunca sobrecargue los enchufes de las paredes.</p>
<p>CLASE D</p> 	<p>Ciertos materiales combustibles tales como el magnesio, titanio, potasio y sodio.</p>	<p>Siga las instrucciones de uso especificadas por los proveedores para el uso de estos materiales.</p>

4.2 EXTINTORES:

Cada extintor presenta una clasificación en la placa mostrando que clase de incendios puede apagar conforme a su diseño.

Tipo de Extintor	Agente Extintor	Tipo de fuego que apaga
<p>TIPO A</p> 	<p>Agua a presión o Espuma o Agentes químicos secos de uso múltiple.</p>	<p>Efectivos sobrecombustibles.</p>
<p>TIPO B</p> 	<p>Espuma, Dióxido de carbono, químico seco regulares, químico seco de uso múltiple, halón o sustituto del mismo.</p>	<p>Líquidos inflamables o gases.</p>

<p>TIPO C</p> 	<p>Dióxido de carbono, halón o sustituto del mismo. Nunca utilice extintores de agua o agentes conductores de electricidad.</p>	<p>Incendios causados porelectricidad.</p>
<p>TIPO D</p> 	<p>Se diseñan específicamente para el metal en cuestión y así lo debe especificar en la tarjeta de identificación.</p>	<p>Metales combustibles. ¡PRECAUCIÓN! ESTOS METALES REACCIONAN VIOLENTAMENTE CON EL AGUA.</p>

4.3 MODO DE EMPLEO DEL EXTINTOR:

- Colocarse a 2 metros del foco de incendio con el extintor a la altura de la cadera.

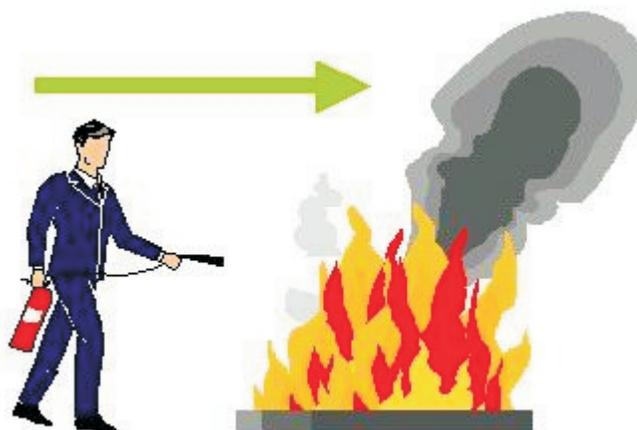


Figura2. Paso 1 para uso del extintor.

- Quite el seguro del extintor.



Figura 3. Paso 2 para uso del extintor.

- Apretar el gatillo del extintor atacando la base del fuego y barriéndolo desde el punto más cercano al más lejano, moviendo la manguera en movimientos de zig-zag rápidos y horizontales.

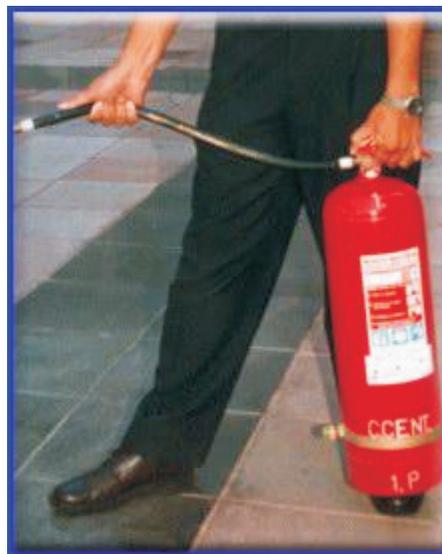


Figura 4. Paso 3 uso del extintor.

- Si el fuego es vertical, se realizará la misma operación pero de abajo a arriba.

4.4 PRECAUCIONES:

Sin embargo hemos de tener algunas precauciones al hacer uso de un extintor de CO₂. Estas son:

- No agarrar la trompa por donde sale el CO₂ ya que esta parte del extintor queda congelada, pudiendo lesionar la mano del usuario. Se debe agarrar la lanzadera por el lugar más cercano a la cabeza del extintor. (algunos cuentan con agarradera).

Mantenimiento de los equipos de extinción:

- Comprobar si los equipos con los que cuenta el laboratorio están en buenas condiciones de uso y si son inspeccionados adecuadamente por la casa suministradora. (tabla de control revisar fecha y actividad).
- Comprobar el buen funcionamiento de las alarmas, detectores, rocadores u otros equipos con los que cuenta el lugar de trabajo.
- Asegurar señalización adecuada, de forma que no produzca equívocos.

Normas de Orden y Limpieza relativas a incendios:

- Apagar por completo los cigarrillos, utilizando los ceniceros y evitando dejar olvidadas colillas. No usar las papeleras para este fin.
- No conectar varias tomas eléctricas en un mismo enchufe para impedir el calentamiento de cables por sobrecarga.

5. RECOMENDACIONES EN LA LIMPIEZA GENERAL EN MATERIALES, MOBILIARIO Y EQUIPO DE LABORATORIO

Las siguientes actividades se sugiere que sean supervisadas por el encargado durante el desarrollo de las sesiones prácticas y al finalizar las mismas.

- La mesa de trabajo deberá dejarse limpia y seca al terminar el procedimiento.
- Solo se desecharán en las tarjas, líquidos "solubles en agua". Cualquier otro desperdicio se eliminará en el recipiente correspondiente identificado para desechos o en los depósitos para basura.
- Las balanzas granatarias y analíticas, microscopios, baños, parrillas, así como cualquier otro instrumento que se emplee para la realización de las prácticas deberán dejarse limpios, así como el área donde se encuentren ubicados.
- Guardar el material de trabajo en los almacenes correspondientes una vez terminada su práctica de lo contrario ese material se eliminará.
- Las mesas y/o equipo que se mueva de su lugar original deberá colocarse de nuevo en su lugar al término de la sesión.
- Desechar los productos utilizados en la práctica cuando éstos ya no sean necesarios (lodos activados, aguas residuales, fermentaciones, medios de cultivo previamente esterilizados).
- Dar buen trato al equipo utilizado, manténgalo limpio.

6. PLAN DE CONTINGENCIA

Introducción

La Comisión de Seguridad e Higiene efectúa programas con el propósito de mejorar las condiciones de seguridad e higiene en el área de trabajo de los empleados, usuarios y estudiantes del Laboratorio de Aguas de la Universidad Surcolombiana, así como la optimización de los recursos y el cumplimiento de la normatividad oficial existente al respecto, con la finalidad de preservar el bienestar y la salud general de la comunidad universitaria, clientes y demás visitantes de las instalaciones.

El presente programa de Plan de Contingencia tiene la finalidad de establecer los lineamientos y acciones preventivas y de primeros auxilios, orientados a incrementar la capacidad de respuesta ante cualquier contingencia de tipo natural y/o generada por el hombre, así mismo el contar con un programa de contingencia formalmente establecido y monitoreado por la Comisión de Seguridad e Higiene, ofrece la confianza tanto a la alta dirección como al alumnado y personal docente, de poder contar con personal responsable de ejecutar el procedimiento o acciones correspondientes, que estén orientados a salvaguardar a las personas, bienes y el entorno de los mismos, para tal fin las líneas de acción establecidas, se ven apegadas a las normas establecidas según la ley y según los distintos organismos reguladores nacionales e internacionales y avalado por personal de bomberos.

El programa contempla la integración de personal de la institución en las brigadas aplicando acciones y procedimientos establecidos para casos de siniestros, ejecutando acciones oportunas ante cualquier contingencia que se pudiera presentar como consecuencia de un siniestro para salvaguardar a las personas, bienes y el entorno de los mismos que se encuentren dentro y fuera (en caso de encontrarse en una salida a campo) del Laboratorio.

A continuación se muestra el plan de emergencia en el anexo 1.

ANEXO 1

1. Plan de emergencia

A continuación se presentara el plan de acción en caso de emergencia que deberá aplicarse en caso de que ocurra un siniestro dentro o fuera de las instalaciones del Laboratorio, esto teniendo en cuenta que parte del trabajo y de las actividades desarrolladas por el Laboratorio de Aguas se deben realizar fuera de la Universidad y en algunas ocasiones en áreas de alto riesgo.

OBJETIVOS

- Proporcionar un conocimiento detallado de los factores de riesgo y sus consecuencias (riesgos) en cada escenario crítico.
- Determinar las acciones preventivas que disminuyan o eliminen los factores de riesgo existentes en cada escenario crítico.
- Brindar orientación básica al equipo de trabajo para presentar los primeros auxilios en caso que se presente el riesgo.

2. Protocolo en caso de accidente durante salida a campo.

En caso de ocurrir un accidente se deben seguir los siguientes pasos:

- Evalué con tranquilidad el hecho.
- Brinde los primeros auxilios de acuerdo al caso.
- Avise por radioteléfono o por celular inmediatamente al centro de salud más cercano o al servicio médico de la USCO para que coordine la atención si el herido se traslada a Neiva.
- Una vez atendido el accidentado proceda a hacer el informe según formulario de la A.R.P, deje una copia en la coordinación de salud ocupacional de la USCO y una copia para la I.P.S. que lo atendió, una para la E.P.S. y otra para el accidentado.

2.1 Evaluación de la víctima.

2.1.1 Enfoque del accidente.

Las personas que proporcionan primeros auxilios siempre deben cuidar de su propia seguridad. Es frecuente que quienes carecen de experiencia o actúan sin pensar al calor del momento, corran un riesgo aún mayor. Quien proporcione primeros auxilios debe asegurar su propia integridad física antes de afrontar el incidente y estar preparado para hacerse cargo de la situación en caso necesario.

Los testigos presenciales, de haberlos, pueden colaborar acudiendo por ayuda, cuando hay dos testigos, se les puede enviar en direcciones opuestas. En accidentes automovilísticos ocurridos en carretera, lo primero que se debe hacer es establecer contacto con los servicios de urgencias y proporcionar los siguientes datos:

- Ubicación, número de la carretera, referencia topográfica, señales.
- Tipo de accidente.
- Número de vehículos implicados.
- Número de víctimas.
- Especificar si hay lesionados atrapados.
- Riesgos especiales, como incendio, derrame de compuestos químicos, etc..

2.1.2 Valoración del incidente.

Empiece por valorar rápidamente la situación y registre el número de lesionados. Debe examinar individualmente a cada uno y determinar un orden de prioridades.

2.1.3 Prioridades.

Los problemas de vías respiratorias y la hemorragia grave siempre deben tener preferencia sobre fracturas, lesiones menores e histeria.

El socorrista ha de comprobar que cada lesionado:

- Tenga libres las vías respiratorias.
- Se encuentra respirando.
- No tenga hemorragia grave.
- Este consciente.
- Verificar que no hayan lesiones raquídeas.
- Estado de conciencia o inconciencia de las víctimas.
- Si hay testigos presenciales.

2.1.4 Examen de la víctima.

Se debe verificar y examinar lo siguiente:

- Que las vías respiratorias estén bien.
- Observe el color de la víctima.
- Verifique si hay hemorragia en oídos y nariz.
- Examinar cuidadosamente las pupilas.
- Palpe el cuero cabelludo y note si hay desgarres.
- Palpe el contorno de la columna cervical (las vértebras del cuello).
- Examine el tórax y el resto de la columna.
- Examine el área pélvica.
- Examine las extremidades.
- Determine el nivel de conciencia de cada víctima.
- Busque en las pertenencias personales cualquier tipo de información adicional.

2.1.5 Tranquilización.

Ante todo, lo más importante es, primero, no dañar a la víctima. Sea amable pero metódico. El lesionado debe tener confianza en la persona que le va a proporcionar los primeros auxilios. A menudo la tranquilización es el tratamiento más eficaz.

2.2 Que hacer en los accidentes automovilísticos en carretera.

Al enfrentarse con un accidente automovilístico en carretera valore cuidadosamente la situación con el fin de asegurarse que tanto usted como su automóvil son visibles y no corren el riesgo de ser alcanzados por otro vehículo. De ser posible, manténgase alejado del tránsito de los vehículos. Determine la posición de los automóviles implicados en el accidente, apague los motores y cuide que nadie fume, especialmente si se percibe olor a gasolina.

2.2.1 Que sucedió.

Se deben observar y evaluar dos factores en este punto:

1. La historia
2. Factores exógenos.
3. Primeros auxilios.

Se deben tener en cuenta que el socorrista debe tener conocimiento de los tratamientos a lesiones de medio y bajo grado entre las cuales se incluyen:

- Esguince.
- Luxación.
- Distensión o rotura muscular.
- Fractura.
- Reanimación cardiovascular.
- Respiración.
- Circulación.
- Reanimación en circunstancias difíciles.
- Técnica de Holger-Nielsen.

Para observar en que consiste cada una de estas lesiones y el tratamiento adecuado a realizar remítase al documento LA-MHS-PE-01.

4. Equipos indispensables para labores de campo del grupo de trabajo.

4.1 Equipos de comunicación:

- 1 radio teléfono USCO.
- 1 radio teléfono vehículo.
- 1 celular con señal y minutos.
- 1 laptop.
- 1 modem de internet móvil.

4.2 Equipos de campaña.

- Morrales (obtención de manos libres).
- Cantimplora (personal).
- Navaja multiusos (personal).
- Cuerdas fijas y portátiles.
- Manila (línea de vida).
- Carpa pequeña (protección de sol y lluvia).

4.3 Equipo de carretera.

- Extintor cargado.
- Tacos.
- Banderolas.
- Herramientas vehículo (alicates, juego de destornilladores, juego de llaves milimétricas y convencionales, hombre solo, llave multiusos, gato, llave de tuercas, llave en cruz).
- Elementos para desvare (correas, cinta aislante, platino, condensador, bombillos, cables para distribuidor, macula tapa rotos, líquido para frenos).
- Seguro obligatorio vigente.
- Tarjeta de propiedad.
- Carnet de revisión técnico mecánica vigente.

4.4 Equipos de seguridad.

- Gafas protección rayos ultravioleta y ramas.
- Botas de cuero o botas de caucho altas.
- Jeans.
- Camisas y/o chaquetas manga larga.
- Guantes de caucho y/o latex.
- Guantes de cuero tipo ciclista (protección de las manos contra: espinas, pringamoza, tensión de cuerdas y manilas).
- Protector de cuello.
- Sombrero, casco o cachucha.
- Traje impermeable para aforador.

4.5 Equipo para evacuación.

- Planos de los sitios, vías de acceso y vías alternas.
- Camilla desarmable.
- Manilas y/o cuerdas.

4.6 Equipo de primeros auxilios.

- Fichas de primeros auxilios.
- Botiquín.
- Manuales de acción de primeros auxilios.

4.7 Botiquín de primeros auxilios.

Se debe tener un botiquín si es el caso para cada uno de los siguientes casos o por lo menos uno con el cual se pueda brindar los cuidados básicos para cualquier lesión.

- Botiquín con material para tratar heridas o fracturas.
- Medicamentos para tratar reacciones alérgicas.
- Medicamentos para el dolor en caso de fracturas, heridas o dolor de cabeza.



5. Comunicaciones.

Se debe establecer una tabla con la información de los principales centros de atención médica y autoridades de orden público pertinentes del área donde se realizara el trabajo.

En cuanto al servicio de asistencia médica se incluye:

- Principal centro médico de la zona (hospital).
- Clínicas.
- Centros de salud.
- Cruz roja.

En cuanto a las autoridades de orden público se incluye:

- Estación de policía de la zona.
- Ejército.
- Defensa civil.

6. Plan de emergencia según escenario crítico, sitio de trabajo, riesgo y acciones en caso de cada riesgo.

El análisis de los cuadros hojas 1, 2 y 3; tomó como escenario crítico los peligros que se pueden presentar en las salidas de campo. Se muestra en la siguiente columna el sitio donde más se puede presentar el peligro. La tercera columna presenta los riesgos que se pueden presentar al grupo de trabajo. Luego se hace un análisis de las acciones que se deben seguir en caso de enfrentar el peligro tales como: detección del peligro, alarmas que se deben establecer, preparación para la salida del sitio, salida de emergencia y los centros de atención médica que se deben tener en cuenta.

NOMBRE: Maury A. Sanchez

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

NOMBRE: Jaime Rojas Puentes

CARGO

CARGO: Coordinador LAUS

CARGO: Coordinador LAUS

ELABORO

REVISO

APROBO