

ESTANDARIZACION DE LAS METODOLOGÍAS PARA EL ANÁLISIS DE PH, ALCALINIDAD Y TURBIDEZ EN MUESTRAS DE AGUA POTABLE EN EL LABORATORIO DE LA ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS DE DOSQUEBRADAS (AMAC).

MARIA ALEJANDRA GONZÁLEZ BEDOYA

UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA

FACULTAD DE TECNOLOGÍA

ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA

PROGRAMA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA

PEREIRA

2015

**ESTANDARIZACION DE LAS METODOLOGÍAS PARA EL ANÁLISIS DE PH,
ALCALINIDAD Y TURBIDEZ EN MUESTRAS DE AGUA POTABLE EN EL
LABORATORIO DE LA ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS
COMUNITARIOS DE DOSQUEBRADAS (AMAC).**

**Autora
MARIA ALEJANDRA GONZÁLEZ BEDOYA**

**Práctica Empresarial
CONDUCENTE A TITULO
Tecnóloga Química**

**Director del proyecto
CARLOS HUMBERTO MONTOYA NAVARRETE
Jefe del Laboratorio de Química**

**UNIVERSIDAD TECNOLÓGICA DE PEREIRA
FACULTAD DE TECNOLOGÍA
ESCUELA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA
PROGRAMA DE TECNOLOGÍA QUÍMICA
PEREIRA**

2015

NOTA DE ACEPTACIÓN

FIRMA DEL PRESIDENTE DEL JURADO

FIRMA DEL JURADO

PEREIRA, 2015

DEDICATORIA

Dedico este trabajo principalmente a Dios, por haberme dado la vida y permitirme el haber llegado hasta este momento tan importante de mi formación profesional.

A mi familia, en especial a mi madre por su apoyo incondicional, comprensión y tolerancia, porque siempre confió en mí y me acompañó desinteresadamente durante toda mi carrera.

A mis dos hermanas: Beatriz Eugenia Muñoz y Aura Cristina González por su comprensión y cariño.

A mi Cuñado Arley David por su gran apoyo y a mis sobrinitos Moisés David y Ana Sofía por ser parte de mi inspiración.

Son todos ellos el motor de mi vida, quienes me inspiraron a salir adelante y seguir este proceso sin dar marcha atrás.

Por el constante apoyo y por creer en mí en todo momento.
.... Mil gracias....

AGRADECIMIENTOS

Doy gracias a Dios primeramente por haber culminado esta importante etapa de mi vida, por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobretodo de felicidad, por darme las fuerzas y el coraje necesarios para convertir este sueño en realidad. Gracias Dios por darme la vida y por estar conmigo en cada momento, por ser mi luz y mi guía durante todo este tiempo, pues sin ti no hubiera podido salir adelante en los momentos difíciles y de prueba, no tengo palabras para agradecer tu inmenso amor y lo mucho que me has dado.

De igual forma agradezco de una manera muy especial a todas aquellas personas que creyeron en mí y me acompañaron a lo largo de la carrera, en especial a:

Mi madre, pues a pesar de ser cabeza de hogar, desde la infancia siempre has trabajado arduamente para darnos lo necesario a mis hermanas y a mí, gracias por tu apoyo incondicional, por quitarte el pan de la boca para que nada nos faltara, eres ejemplo de tenacidad y perseverancia, a través de estas líneas quiero expresar lo mucho que te amo, pues es gracias a tu esfuerzo que pude alcanzar este triunfo.

A mis hermanas por el apoyo brindado, por su comprensión y cariño y por ser parte importante en mi vida.

A la Asociación municipal de acueductos comunitarios de Dosquebradas por permitirme realizar la práctica empresarial, dándome la posibilidad de aplicar mis conocimientos y brindándome el apoyo necesario para la realización de este trabajo, que bien espero que sea de utilidad para la empresa.

A mi director, el profesor Carlos Humberto Montoya por su asesoría, orientación y dedicación en la realización de este proyecto.

Y a mis profesores, por compartir sus conocimientos y crear las bases para mi futuro profesional, por influir en mi vida a través de sus lecciones y experiencias en formarme como una persona de bien, preparada para los retos que pone la vida.

De todo corazón. Muchas gracias a todos.

TABLA DE CONTENIDO

	PAG
INTRODUCCIÓN	15
1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA	18
2. JUSTIFICACION	19
3. OBJETIVO GENERAL	21
3.1Objetivos específicos.....	21
4. MARCO CONCEPTUAL	22
5. MARCO TEÓRICO	25
5.1 Estandarización	25
5.2 Programa interlaboratorios de control de calidad de agua portable	27
5.3 Importancia en la determinación de pH	29
5.3.1 Determinación de pH	29
5.4 Importancia en la determinación de alcalinidad.....	30
5.4.1 Determinación de alcalinidad	30
5.5 Determinación de turbidez	30
5.5.1 Determinación de turbidez	32
5.6 Tratamiento estadístico.....	33
5.6.1 Linealidad.....	34
5.6.2 Precisión	34
5.6.3 Desviación estándar.....	34
5.6.4 Coeficiente de variación.....	35
5.6.5 Exactitud	35
5.6.6 Limite de detección y de cuantificación	36
5.6.7 Porcentaje de recuperación	36
5.7 Control de calidad	37
5.7.1 Interpretación y criterios de evaluación	39
6. INFORME DE ESTANDARIZACIÓN Y VERIFICACIÓN DE ALCALINIDAD TOTAL. MÉTODO VOLUMÉTRICO	40
6.1 Objetivos	40

6.2	Conceptos teóricos de la metodología utilizada para medir alcalinidad .	40
6.3	Punto final	42
6.4	Determinación del contenido de carbonatos , bicarbonatos e hidróxidos (alcalinidad total en una muestra).....	43
6.5	Alcance del método	46
6.6	Interferencias del método	47
6.7	Valores de referencia	47
6.8	Metodología.....	47
6.9	Materiales y equipos.....	48
6.10	Reactivos.....	48
6.11	Muestreo y preservación	51
6.12	Determinación de alcalinidad en muestras de agua.....	51
6.13	Diagrama de flujo para la determinación de alcalinidad	53
6.14	Control de calidad.....	53
6.15	Establecimiento de la curva de calibración	54
6.15.1	Patrones para la curva de calibración	54
6.15.2	Preparación de la curva de calibración.....	54
6.15.3	Titulación patrones para la curva de calibración.....	54
6.15.4	Resultados prácticos	55
6.16	Construcción de graficas	56
6.16.1	Curva de calibración para la determinación de alcalinidad	56
6.17	Carta de control	58
6.18	Procedimiento de estandarización	61
6.18.1	Parte experimental	61

6.18.2 Grupo de muestras por ensayo.....	62
6.18.3 Preparación de muestras para la alcalinidad	62
6.19 Resultados.....	63
6.20 Análisis estadístico de los datos.....	66
6.21 Cuadro resumen de los resultados obtenidos para la estandarización	73
6.21.1 Adición de estándar para la determinación de alcalinidad.....	74
6.22 Interpretación de resultados	75
7. INFORME DE ESTANDARIZACIÓN DE PH.....	78
7.1 Objetivos	78
7.2 Fundamento del método.....	78
7.3 Alcance del método	80
7.4 Valores de referencia	80
7.5 Interferencia del método	80
7.6 Metodología.....	81
7.7 Materiales y equipos.....	81
7.8 Reactivos	82
7.9 Muestreo y preservación	82
7.10Precaución del método.....	83
7.11 Procedimiento	83
7.12 Diagrama de flujo para la determinación de pH.....	85
7.13 Precisión y exactitud.....	86
7.14 Control de calidad.....	86
7.15 Calculo	86
7.16 Cartas de control	87

7.17 Construcción de la grafica de control para pH.....	88
7.18 Procedimiento de estandarización.....	90
7.18.1 Parte experimental.....	90
7.18.2 Resultados.....	90
7.19 Análisis estadístico de los datos.....	91
7.19.1 Precisión.....	92
7.19.2 Exactitud.....	93
7.20 Interpretación de los resultados.....	94
8. INFORME DE ESTANDARIZACIÓN DE TURBIDEZ.....	95
8.1 Objetivos.....	95
8.2 Fundamento del método.....	96
8.3 Alcance del método.....	97
8.4 Interferencia del método.....	97
8.5 Valores de referencia.....	97
8.6 Muestreo y preservación.....	98
8.7 Materiales y equipos.....	98
8.8 Reactivos.....	99
8.9 Procedimiento.....	100
8.9.1 Diagrama de flujo.....	101
8.10 Control de calidad.....	102
8.11 Cálculos.....	102
8.12 Metodología.....	103
8.13 Calibración instrumental.....	103
8.14 Procedimiento construcción curva de calibración.....	104

8.15 Curva de calibración de turbidez	105
8.16 Parte experimental proceso de estandarización.....	108
8.17 Análisis estadístico de los datos.....	109
8.17.1 Precisión	109
8.18 Inconvenientes presentados en el proceso de estandarización	113
8.19 Seguimiento de estandarización pH y alcalinidad	114
9. CONCLUSIONES.....	126
10. RECOMENDACIONES	127
11. ANEXOS	128
BIBLIOGRAFIA.....	140

INDICE DE GRAFICAS

pág.

Grafica 1. Curva de calibración para la determinación de Alcalinidad total.....	56
Grafica 2. Curva de calibración teórica vs curva de calibración real.....	57
Grafica 3. Carta de control alcalinidad.....	60
Grafica 4. Carta de control pH 10.....	89
Grafica 5. Curva de calibración turbidez	106
Grafica 6. Comparación entre la concentración teórica vs Concentración real.....	107
Grafica 7. Resultados de pH durante el mes de abril.....	115
Grafica 8. Resultados de alcalinidad durante el mes de abril.....	116
Grafica 9. Resultados de pH durante el mes de mayo.....	117
Grafica 10. Resultados de alcalinidad durante el mes de mayo.....	117
Grafica 11. Resultados de pH durante el mes de junio.....	118
Grafica 12. Resultados de alcalinidad durante el mes de junio.....	119
Grafica 13. Resultados de pH durante el mes de julio.....	120
Grafica 14. Resultados de alcalinidad durante el mes de julio.....	120
Grafica 15. Resultados de pH durante el mes de agosto.....	121
Grafica 16. Resultados de alcalinidad durante el mes de agosto.....	122
Grafica 17. Resultados de pH durante el mes de septiembre.....	123
Grafica 18. Resultados de alcalinidad durante el mes de septiembre.....	123

INDICE DE TABLAS

pág.

Tabla 1. Parámetros de calidad para la precisión de métodos analíticos.....	33
Tabla 2. Valores de pH e el punto final.....	42
Tabla 3. Relaciones de alcalinidad.....	45
Tabla 4. Curva de calibración para la alcalinidad	55
Tabla 5. Solución de carbonato de sodio 50ppm.....	59
Tabla 6. Preparación de muestras para la alcalinidad.....	62
Tabla 7. Resumen de los resultados obtenidos para la estandarización y verificación de alcalinidad.....	73
Tabla 8. Adición de estándar M1 + A1.....	74
Tabla 9. Adición de estándar M2 + A2.....	74
Tabla 10. Estándar 0.09C.....	75
Tabla 11. Estándar 0.9C.....	75
Tabla 12. Equivalente de pH experimental del buffer pH10.....	88
Tabla 13. Datos obtenidos para el análisis de pH.....	90
Tabla 14. Análisis estadístico agua de la llave.....	91
Tabla 15. Análisis estadístico buffer pH 10.....	92
Tabla 16. Exactitud buffer pH 10.....	93
Tabla 17. Interpretación de resultados.....	102
Tabla 18. Datos obtenidos para la curva de calibración de turbidez.....	105
Tabla 19. Datos obtenidos para el análisis de turbidez.....	108
Tabla 20. Análisis estadístico de los datos.....	109
Tabla 21. Comparaciones entre el turbidímetro Hf científico de la AMAC y el turbidímetro HACH de la UTP.....	110

Tabla 22. Turbidimetro HACH.....	111
Tabla 23. Turbidimetro Hf Scientific.....	112
Tabla 24. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de abril de 2014.....	115
Tabla 25. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de mayo de 2014.....	116
Tabla 26. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de junio de 2014.....	118
Tabla 27. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de julio de 2014.....	119
Tabla 28. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de Agosto de 2014.....	121
Tabla 29. Resultados de pH y alcalinidad durante el mes de septiembre de 2014.....	122
Tabla 30. Cuadro resumen de los resultados de pH obtenidos durante los meses de abril-septiembre de 2014.....	124
Tabla 31. Cuadro resumen de los resultados de alcalinidad obtenidos durante los meses de abril-septiembre de 2014.....	124
Tabla 32. Valores de t para varios niveles de z	128
Tabla 33. Niveles de confianza para varios niveles de z.....	128

INDICE DE FIGURAS

	pág.
Figura 1. Carta de control típica.	38
Figura 2. Limites de aviso y de control en una carta de control (parte derecha) su relación con la distribución de la muestra de control.....	38
Figura 3. Titulación de agua para determinar alcalinidad de fenolftaleína y alcalinidad total	41

ANEXOS

	pág.
Anexo 1. Tablas de valores estadísticos	128
Anexo 2. Especificaciones pH metro de bolsillo marca ALLA FRANCE pH metro con termómetro impermeable	129
Anexo 3. Especificaciones equipo turbidímetro Hf scientific	129
Anexo 4. Certificado de análisis carbonato de sodio.....	131
Anexo 5. Certificado de análisis estándar de formacina.....	132
Anexo 6. Hoja de reporte para el análisis de pH	133
Anexo 7. Formato cartas de control análisis s de pH.....	134
Anexo 8. Hoja de reporte análisis de alcalinidad.....	135
Anexo 9. Formato de control alcalinidad.....	136
Anexo 10. Fotografías de equipos y reactivos para el análisis de pH.....	137
Anexo 11. Fotografías de materiales y reactivos para el análisis de alcalinidad.....	138
Anexo 12. Fotografías de equipos y reactivos para el análisis de turbidez	139

INTRODUCCION

En nuestro planeta, el agua (H₂O) es la única sustancia que coexiste abundantemente en los tres estados físicos posibles. Es nuestro único líquido común puro más ampliamente distribuido, estando siempre presente en todas partes de la atmósfera suspendido en forma de partículas de hielo o sobre la superficie terrestre en diversos tipos de nieve y hielo. Es esencial para la vida; como importante reguladora de la temperatura corporal, como disolvente y vehículo portador de nutrientes y productos catabólicos, como reactante y medio de reacción, como lubricante y plastificador, como estabilizante de la conformación de biopolímeros, como probable inductora del comportamiento dinámico de macromoléculas, incluyendo sus propiedades (Enzimáticas) catalíticas y de otras formas ignoradas.¹

El agua es utilizada para múltiples propósitos como son el abastecimiento público que cubre el uso doméstico, industrial y comercial, la generación de energía eléctrica, riego de cultivos, fines recreativos etc., donde cada situación requiere de unas condiciones de calidad diferente, siendo necesario en algunos casos acondicionar el agua para su adecuada utilización. Sin ser menos importantes, es claro que es de vital significado tanto para la salud humana como para el bienestar de la sociedad en su conjunto contar con un abastecimiento de agua seguro y satisfactorio para propósitos domésticos tales como el consumo, la preparación de alimentos y la higiene personal. Para cumplir este propósito el agua debe estar exenta de organismos capaces de originar enfermedades, y de cualquier mineral o sustancia orgánica que pueda producir efectos fisiológicos perjudiciales. Para fomentar el consumo de este líquido el agua debe ser aceptable desde el punto de vista estético, por ejemplo, estar exenta de turbiedad, color y olor perceptibles así como de cualquier sabor desagradable y tener una temperatura razonable. El agua que cumpa estos requisitos recibe la denominación de agua potable, lo que significa que puede consumirse en cualquier cantidad sin provocar efectos perjudiciales para la salud. [1]

El término calidad del agua es relativo y solo tiene importancia universal si está relacionado con el uso del recurso. Esto quiere decir que una fuente de agua suficientemente limpia que permita la vida de los peces puede no ser apta para la natación y un agua útil para el consumo humano puede resultar inadecuada para la industria. Para decidir si un agua califica para un propósito particular, su calidad debe especificarse en función del uso que se le va a dar. Bajo estas consideraciones, se dice que un agua está contaminada cuando sufre cambios que afectan su uso real o potencial. [2]

¹http://www.analisisdeaguas.com.ar/tanques_pag_laboratorio.html

Se dice entonces que el agua es esencial para la vida y todos deben disponer de un abastecimiento satisfactorio (suficiente, salubre y accesible). La mejora del acceso a agua salubre puede proporcionar beneficios tangibles para la salud. Debe realizarse el máximo esfuerzo para lograr que la salubridad del agua de bebida sea la mayor posible.²En el pasado el agua disponible para bebida era simplemente certificada como buena por un ingeniero especializado en este campo, pero los últimos tiempos han cambiado y no se acepta ya esta práctica, ¿Por qué? Porque la salud pública ha alcanzado tal nivel de importancia y complejidad que debe actuar a escala local, sino que los inspectores autorizados por el Ministerio de Salud deben tener una jurisdicción y autoridad más amplia para poder revisar, inspeccionar, efectuar muestreos, seguimiento y control, así como evaluar el suministro de agua a la comunidad de forma continua. [3]

La resolución 2115 de 22 de junio de 2007 “por medio del cual se señalan las características, instrumentos básicos y frecuencias del sistema de control de vigilancia para la calidad del agua para consumo humano” establece en el caso de la vigilancia y el control, las competencias y los niveles en los que deben trabajar las Autoridades Sanitarias y las personas Prestadoras, para monitorear y analizar las muestras de agua tomadas en puntos concertados, de tal manera que se pueda evaluar en índice de Riesgo de la Calidad del Agua en el país.[13]

Es por esta razón que para la Asociación municipal de acueductos comunitarios de Dosquebradas es de vital importancia que sus asociados garanticen a la población la buena calidad del agua. Se hace necesario entonces la estandarización de los parámetros dando así respuesta a las exigencias descritas en la reglamentación vigente del Sistema para la protección y Control de la Calidad del agua para consumo humano, que son el decreto 1575 de 2007 y la resolución 2115 del 2007.

Para una correcta interpretación de los datos obtenidos, los resultados de los análisis deben manejarse estadísticamente, teniendo en cuenta la correlación de iones, los factores que gobiernan el comportamiento de los componentes del agua, etcétera. El uso de gráficos ayuda a mostrar las relaciones físicas y químicas entre el agua, las fuentes probables de contaminación o polución y el régimen de calidad y, por tanto, a realizar adecuadamente la evaluación de los recursos hídricos. Aspectos fisicoquímicos de la calidad del agua Es importante anotar que la evaluación de la calidad del agua se realiza usando técnicas analíticas adecuadas para cada caso. Para que los resultados de estas determinaciones sean representativos, es necesario dar mucha importancia a los procesos de muestreo y a las unidades y terminología empleada. [2]

²http://www.who.int/water_sanitation_health/dwq/gdwq3sp.pdf

Cabe resaltar también que los laboratorios son parte fundamental de la prestación de servicios para la vigilancia y control de la calidad del agua para consumo humano y, por lo tanto, con la mejor capacidad de medición pueden brindar la cadena de trazabilidad metrológica a nivel nacional, de tal manera que los resultados de las muestras para consumo humano sean confiables para la toma de decisiones, a partir de los reportes generados a través de subsistema de información para la vigilancia de la Calidad del Agua para Consumo Humano (SIVICCAP) y del sistema Único de información (SUI), liderado por el INS y la Superintendencia de Servicios Públicos Domiciliarios (SSPD), respectivamente.

1. PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA

La Asociación Municipal de Acueductos Comunitarios (AMAC) de Dosquebradas está conformada por alrededor de 33 acueductos, los cuales tienen la finalidad de brindar el apoyo técnico y científico para asegurar la calidad del recurso hídrico que se suministra a varias veredas en la localidad del Municipio de Dosquebradas, mediante la normatividad vigente de acuerdo al Decreto 1575 de 2007 Art. 3 y la Resolución 2115 de 2007 Cap. 2, que definen las condiciones para la protección y control de la calidad del agua y características físicas y químicas del agua para consumo humano. Debido a que el agua puede ser considerada como un elemento de alto consumo humano a nivel mundial, es de vital importancia determinar la calidad de la misma para así evitar posibles riesgos de enfermedades que afecten la salud humana.

En miras de ofrecer análisis de alta calidad para sus acueductos afiliados, y cumplir con los requerimientos necesarios para el control analítico tales como la confiabilidad e idoneidad y, teniendo en cuenta la necesidad de reducir tiempo y costos, además de mantener la autorización del ministerio de protección social para realizar los respectivos análisis, tener un desarrollo satisfactorio dentro del programa PICCAP y cumplir con los requisitos tanto de la normatividad gubernamental, como aquellos que puedan llegar a dar reconocimiento al laboratorio, la Asociación municipal de acueductos comunitarios se ha visto en la necesidad de iniciar de manera inmediata con la normalización y verificación de algunos métodos de análisis como lo son la determinación de pH, alcalinidad y turbidez debido a que estos análisis se realizan en el laboratorio sin haber sido previamente regulados bajo condiciones y estudios rigurosos ocasionando de esta manera resultados poco confiables.

Con la implementación de dichas técnicas se busca la optimización del tiempo y los recursos, además de aumentar la productividad, cumplir con las normas establecidas, disminuir número de fallas por repeticiones y determinar características de operación, ventajas, limitaciones, confianza y seguridad del método analítico enfocados a obtener parámetros válidos totales como especificidad, exactitud, repetibilidad, reproducibilidad etc., permitiendo así, confirmar si las metodologías empleadas son apropiadas para el uso propuesto y garantizar la calidad de los resultados obtenidos, con el fin de que la AMAC pueda brindar a sus asociados, servicios de calidad superior para que los acueductos comunitarios puedan suministrar a sus usuarios un servicio de agua potable de alta calidad.

2. JUSTIFICACIÓN

Los acueductos comunitarios son entidades descentralizadas, las cuales presentan personería jurídica y son dirigidas por juntas directivas, nombradas de acuerdo con el decreto 1575 de 2007, emitido por el ministerio de Salud, el cual estipula que cada acueducto comunitario como empresa prestadora de un servicio público debe: efectuar 2 análisis fisicoquímicos, si la población es menor de 2.500 personas, 8 si tiene entre 2501 y 12.500 habitantes servidos y 15 si tiene entre 12.501 y 60.000 habitantes. El laboratorio de análisis de aguas **OVIDIO DE JESÚS MONTOYA** como dependencia de la Asociación Municipal de Acueductos Comunitarios (AMAC) es el encargado de realizar dichos análisis y de realizar el respectivo apoyo técnico y científico a cada acueducto; esta labor la ha desempeñado durante 14 años para alrededor de 23 acueductos para el municipio de Dosquebradas, actualmente cuenta con nueve (9) parámetros básicos como son: Coliformes totales y fecales, alcalinidad, cloro residual, dureza, pH, color aparente, turbidez, conductividad y sólidos totales disueltos.

Con el fin de, incrementar la calidad de los análisis, aumentar la eficiencia de los procesos, garantizar la pureza de las aguas tratadas provenientes de los acueductos asociados a la AMAC, mejorar los estándares requeridos por la Secretaria de Salud Departamental y crecer a nivel departamental como un laboratorio reconocido en análisis de aguas, se está gestionando la estandarización de cada uno de los parámetros analizados dentro de los cuales algunos ya se encuentran correctamente normalizados. De esta manera se podría brindar a sus asociados unos resultados más precisos y confiables.

El agua es el constituyente más importante del organismo humano y del mundo en el que vivimos. Tiene una gran influencia en los procesos bioquímicos que ocurren en la naturaleza. Esta influencia no solo se debe a sus propiedades fisicoquímicas como molécula bipolar sino también a los constituyentes orgánicos e inorgánicos que se encuentran en ella. Por ser un disolvente universal, el agua es capaz de disolver o dispersar la mayoría de sustancias con las que tiene contacto, sean estas sólidas, líquidas o gaseosas, y de formar con ellas iones, complejos solubles e insolubles, coloides o simplemente partículas dispersas de diferente tamaño y peso. Sin embargo, la gran mayoría de estos no tienen mucho significado y es por esto que se consideran algunos de ellos solamente, teniendo en cuenta su posible prevalencia en el agua los efectos adversos que puedan tener sobre la salud, la influencia que tengan en los procesos de tratamiento o las implicaciones económicas. [2]

En Colombia las entidades encargadas de tener los parámetros mínimos o máximos permisibles de ciertas sustancias minerales y organismos biológicos son las normas ISO e ICONTEC que con ayuda del ministerio de protección social y de la salud pública lograron implantar el decreto 475 de 1998; el cual fue modificado por las mismas entidades para lograr obtener un mejor resultado sobre el tratamiento para agua potable. Así obteniéndose la resolución 2115 del 2007 las cuales establecen un valor máximo aceptable para alcalinidad de 200 mg/L, de turbidez no más de 2 NTU y el pH entre un valor de 6-9 unidades; adecuados para el agua potable. Para el desarrollo del presente trabajo se tendrán en cuenta las siguientes características químicas.

La turbidez de un líquido es importante debido a muchas razones, según sea su utilización. La turbidez en el agua puede ser ocasionada por una gran variedad de materiales en suspensión que varían en tamaño, desde dispersiones coloidales hasta partículas gruesas, entre otras arcillas, limo, materia orgánica e inorgánica finamente dividida, organismos planctónicos y microorganismos. En el agua potable, ciertos organismos perjudiciales o las partículas que los protegen de los procesos de desinfección afectan en forma adversa la calidad del agua. Para asegurar un suministro de agua potable seguro, se requiere por ley plantas de tratamiento del agua para mantener una turbidez baja y uniforme del producto terminado. Generalmente las aguas turbias son rechazadas; las comunidades se resisten a utilizarlas, aunque la calidad química y bacteriológica sea satisfactoria. A veces el agua aunque este muy clara puede encontrarse contaminada por virus o productos tóxicos que no son causantes de turbidez. Entre menor sea la turbidez en el agua de consumo público, mayor será la remoción de bacterias y en consecuencia más fácil y segura se hará la desinfección con cloro, y una vez se halla tratado la turbidez; si existe mucha en el agua, las partículas presentes en ella se encargaran de proteger las bacterias y los virus de la acción del desinfectante. [4]

La calidad del agua y el pH son a menudo mencionados en la misma frase. El pH es un factor muy importante, porque determinados procesos químicos solamente pueden tener lugar a un determinado pH y prácticamente todas las fases de tratamiento del agua para 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, la intensidad del carácter ácido o básico de una solución viene dada por la actividad del ion hidrógeno o pH. [5]

La alcalinidad de un agua es su capacidad para neutralizar ácidos y constituye la suma de todas las bases titulables. El valor medido puede variar significativamente con el pH del punto final utilizado. La propiedad de alcalinidad de las aguas se debe generalmente a la presencia de bicarbonato, carbonato e hidróxido y con menos frecuencia a borato, silicato y fosfatos. [5] En términos sanitarios el uso de valores de alcalinidad es importante, ya que sirve como indicadores para la selección de los diversos tratamientos a los cuales debe ser sometida el agua, como ablandamiento y coagulación. [6] La EPA no hace recomendaciones respecto a la alcalinidad en fuentes de agua, ya que esta se liga a factores como el pH y la dureza, pero concluye que una fuente no debe mostrar cambios bruscos o repentinos en el contenido de la alcalinidad, pues esto podría indicar un cambio en la calidad del agua. [2]

3. OBJETIVO GENERAL

Estandarizar las metodologías para el análisis de pH, alcalinidad y turbidez en muestras de agua potable en el laboratorio de la asociación municipal de acueductos comunitarios de Dosquebradas AMAC.

3.1 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

- ✓ Estandarizar y documentar los ensayos de laboratorio utilizados para determinar el contenido de alcalinidad por el método volumétrico, pH por el método electrométrico y turbidez por el método nefelométrico.
- ✓ Determinar de manera experimental y para las condiciones del laboratorio de aguas de la AMAC los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza para la determinación de pH, alcalinidad y turbidez. Estos parámetros son: Repetibilidad, precisión, exactitud, límite de detección y linealidad.
- ✓ Efectuar el análisis estadístico haciendo uso de Excel, de los datos obtenidos en la estandarización de cada uno de los métodos tales como: Mediana, moda, desviación estándar, Varianza de la muestra, coeficiente de variación y error relativo, con el fin de tecnificar el proceso.
- ✓ Elaborar y diseñar los registros de los análisis para la captura de datos de los métodos analíticos ya mencionados, que permitan la construcción de cartas de control.

4. MARCO CONCEPTUAL

Algunas de las definiciones que se describen a continuación son tomadas del DECRETO1575 de 2007 y la Resolución 2115 del 2007 Por el cual se expiden normas técnicas de calidad del agua potable.

Agua Cruda: Es aquella que no ha sido sometida a proceso de tratamiento.

Agua potable o agua para consumo humano: Es aquella que por cumplir las características físicas, químicas y microbiológicas, en las condiciones señaladas en el presente decreto y demás normas que la reglamenten, es apta para consumo humano. Se utiliza en bebida directa, en la preparación de alimentos o en la higiene personal

Agua segura: Es aquella que sin cumplir algunas de las normas de potabilidad definidas en el presente decreto, puede ser consumida sin riesgo para la salud humana.

Calidad del agua: Es el resultado de comparar las características físicas, químicas y microbiológicas encontradas en el agua, con el contenido de las normas que regulan la materia

Laboratorio de análisis del agua para consumo humano: Es el establecimiento público o privado, donde se realizan los procedimientos de análisis de las características físicas, químicas y microbiológicas del agua para consumo humano, el cual debe cumplir con los requisitos previstos en el presente decreto.

Análisis organoléptico: Para los fines del presente decreto se refiere a olor, sabor y percepción visual de sustancias y materiales flotantes y/o suspendidos en el agua.

Análisis Físicoquímico del Agua: Son aquellas pruebas de laboratorio que se efectúan a una muestra para determinar sus características físicas, químicas o ambas.

Análisis Microbiológico del Agua: Son aquellas pruebas de laboratorio que se efectúan a una muestra para determinar la presencia o ausencia, tipo y cantidad de microorganismos.

Contaminación del agua: Es la alteración de sus características organolépticas, físicas, químicas, radiactivas y microbiológicas, como resultado de las actividades

humanas o procesos naturales, que producen o pueden producir rechazo, enfermedad o muerte al consumidor.

Control de la calidad del agua potable: Son los análisis organolépticos, físicos, químicos y microbiológicos realizados al agua en cualquier punto de la red de distribución con el objeto de garantizar el cumplimiento de las disposiciones establecidas en el presente decreto.

Turbidímetro: El Turbidímetro es un instrumento nefelométrico que mide la turbidez causada por partículas suspendidas en un líquido. Haciendo pasar un rayo de luz a través de la muestra se mide la luz reflejada por las partículas en un ángulo de 90° con respecto al rayo incidente. Las lecturas se dan en NTU (Unidades Nefelométricas de Turbidez).

pH- metro: El pH-metro es un sensor utilizado en el método electroquímico para medir el pH de una disolución. La determinación de pH consiste en medir el potencial que se desarrolla a través de una fina membrana de vidrio que separa dos soluciones con diferente concentración de protones. Una celda para la medida de pH consiste en un par de electrodos, uno de calomel (mercurio, cloruro de mercurio) y otro de vidrio, sumergidos en la disolución en la que queremos encontrar el pH.

pH: Es el logaritmo negativo en décadas del valor numérico de la actividad molar de los iones hidrógeno a H⁺. Las soluciones con un pH menor a 7 reaccionan de manera ácida, con un pH de 7 son neutras y superiores a 7 reaccionan de manera básica.

Electrodo: Son conductores que se utilizan para mantener en contacto el sistema de medida con el electrolito. Se clasifican en dos tipos: Ánodo y Cátodo. El ánodo es donde se produce la reacción de oxidación, esto es los electrones se toman del electrolito y pasan al circuito de medida. En el cátodo se produce la reacción de reducción, es decir, los electrones fluyen del cátodo al electrolito.

Electrometría: Parte de la física que trata de la medición de magnitudes eléctricas, tales como la resistencia eléctrica, voltaje, intensidad de corriente, potencia real, aparente y reactiva, factor de potencia, rigidez dieléctrica, frecuencia, nivel de iluminación, etc. Asimismo se relaciona con los instrumentos y procedimientos para realizar las valoraciones o mediciones de los parámetros en las instalaciones destinadas al uso y aprovechamiento de la energía eléctrica

Potenciometría: Es una técnica electroanalítica con la que se puede determinar la concentración de una especie electroactiva en una disolución empleando un electrodo de referencia (un electrodo con un potencial conocido y constante con el

tiempo) y un electrodo de trabajo (un electrodo sensible a la especie electroactiva) y un potenciómetro.

Solución patrón: Es la disolución de una sustancia utilizada como referencia al momento de hacer una valoración o estandarización

Alcalinidad: Analíticamente, la alcalinidad de un agua se define como la capacidad que tiene de neutralizar un ácido fuerte, hasta un determinado pH.

Alcalinidad Total: Es la Alcalinidad que se determina cuando el punto final de la titulación se obtiene a un pH de 4.5.

Alcalinidad a la Fenolftaleína: Es la que se obtiene cuando el punto final de la titulación es a pH 8.3.

Indicador: Es un ácido o base débil cuya forma disociada tiene diferente color que la forma sin disociar, ello es debido a que están formados por sistemas resonantes aromáticos, que pueden modificar la distribución de carga según la forma que adopten. Esta alteración por el desplazamiento hacia una forma más o menos disociada, hace que la absorción energética del sistema se modifique y con ello el color.

Titulación: Denominada también valoración ácido-base, y son empleadas para determinar concentraciones de sustancias químicas con precisión y exactitud. Se llevan a cabo gracias a la reacción que ocurre entre ácidos y bases, formando sales y agua. Intervienen tres agentes o medios: el titulante, el titulado (o analito) y el indicador.

5. MARCO TEÓRICO

5.1 ESTANDARIZACIÓN³

Se conoce como estandarización al proceso mediante el cual se realiza una actividad de manera standard o previamente establecida. El término estandarización proviene del término standard, aquel que refiere a un modo o método establecido, aceptado y normalmente seguido para realizar determinado tipo de actividades o funciones. Un estándar es un parámetro más o menos esperable para ciertas circunstancias o espacios y es aquello que debe ser seguido en caso de recurrir a algunos tipos de acción.

Estandarizar un método de análisis consiste en verificar y documentar, que este conduzca con un alto grado de seguridad, a la obtención de resultados precisos y exactos dentro de las especificaciones y los atributos de calidad previamente establecidos. Tiene como connotación principal la idea de seguir entonces el proceso standard a través del cual se tiene que actuar o proceder. Al mismo tiempo, esta idea supone la de cumplir con reglas que, si bien en ciertos casos pueden estar implícitas, en la mayoría de las oportunidades son reglas explícitas y de importante cumplimiento a fin de que se obtengan los resultados esperados y aprobados para la actividad en cuestión.⁴

En la práctica, los métodos analíticos son establecidos por instituciones nacionales o internacionales, quienes entregan unos procedimientos y características funcionales del método, que concluyen con unos indicadores de calidad, denominados características del desempeño analítico y que suelen incluir: exactitud, precisión, especificidad, límite de detección, límite de cuantificación, linealidad y rango analítico.

Ejemplos de lo anterior son: el Standard Methods para los laboratorios de análisis de aguas y la USP (UnitedStatesPharmacopea) para los laboratorios farmacéuticos.

³La práctica de las curvas de calibración. Departamento de Metrología. Mol LabsLtda [En línea] <http://www.mollabs.com/desarrollo>

⁴Desde Definición ABC: <http://www.definicionabc.com/general/estandarizacion.php#ixzz2J1EzYX4k>

La estandarización de un método analítico es un proceso riguroso que dependiendo de la técnica analítica a la que pertenezca el método, la matriz, el analito, la cantidad de parámetros de la estandarización, y de la logística empleada para su desarrollo, puede requerir de un tiempo más o menos considerable (en algunos casos puede superar los seis meses).[7]

Este proceso incluye las siguientes etapas:

a. Montaje

Establecimiento del procedimiento analítico. Etapa en la cual se definen los atributos del método a ensayar e incluye los siguientes pasos:

- Procedimiento detallado de análisis, asimilación del método
- Verificación de equipos, reactivos y elementos de laboratorio

b. Validación

La validación es un proceso netamente experimental que se efectúa mediante estudios de laboratorio para evaluar o determinar la conveniencia o capacidad de un esquema analítico particular, cuyas características de diseño cumplen con los requerimientos metodológicos y de resultados para la aplicación analítica propuesta. Este paso involucra el desarrollo de un protocolo, que incluye la estimación de las medidas de precisión y exactitud aplicables a cualquier método analítico, esté o no normalizado.

c. Calculo de atributos

Se refiere a los parámetros que se derivan de validación e identifican al método. Dentro de estos se encuentran:

- Limite de detección: Mínima concentración detectable del analito que no puede cuantificarse.
- Limite de cuantificación: Valor de la concentración, a partir de la cual se puede obtener un significado cuantitativo
- Exactitud: Grado de proximidad entre una medida y el valor verdadero o esperado y , está definido por la recuperación
- Precisión: Grado de proximidad entre los resultados que se efectúan repetidamente y en forma independiente y está relacionada con el coeficiente de variación:

d. Cartas de control.

Procedimiento interno que se realiza para verificar que el método cumple con los requisitos establecidos. Estas cartas permiten llevar un registro diario del procedimiento.

5.2 PROGRAMA INTERLABORATORIOS DE CONTROL DE CALIDAD DE AGUA POTABLE (PICCAP)

A principios de 1995 el Instituto Nacional de Salud percibió la necesidad de generar un programa interlaboratorios de control de calidad para aguas potables (PICCAP), en Colombia; debido a que, no había ningún programa oficial de control en los análisis de aguas para consumo humano, que referenciará la calidad de los resultados de los laboratorios de las seccionales de salud y por lo cual no se conocía a ciencia cierta su confiabilidad. Este programa se inició con la participación de nueve seccionales (entre otras, algunas que por la geografía del país se encuentran bastante distantes de la capital y con dificultades en muchos aspectos), que fueron capacitadas en 1994 en el laboratorio de Salud Ambiental del INS en análisis fisicoquímico y bacteriológico de aguas. Mediante los parámetros establecidos para la evaluación del programa, se pretendía que los laboratorios participantes, obtuvieran resultados cada vez más confiables en los análisis de agua, para lo cual se realizó un primer envío a manera de ensayo piloto en 1995. En 1996 la subdirección de ambiente y salud del Ministerio de Salud y el Instituto Nacional de Salud, Subdirección de Epidemiología y Laboratorio Nacional de Referencia, realizaron un convenio para el desarrollo de actividades propuestas en el programa de vigilancia de la calidad del agua y como apoyo al sistema de información de calidad de aguas en el país.

Este programa ha generado efectos, tales como: toma de conciencia de la necesidad de realizar análisis confiables, mayor atención a las actividades del laboratorio de aguas de cada una de las seccionales e impulsó al desarrollo de los laboratorios de aguas donde antes no existían. Este programa evalúa entre otros aspectos el desempeño de los laboratorios, mediante el seguimiento de resultados a través del tiempo, en los diferentes parámetros fisicoquímicos y bacteriológicos contemplados. El programa PICCAP amplió su cobertura a los laboratorios particulares desde el año 2000. Actualmente están inscritos 271 laboratorios.

Objetivo del programa: Evaluar continuamente la calidad analítica de los diferentes laboratorios que realizan análisis físicos, químicos y microbiológicos en agua para consumo humano en el país, midiendo los resultados emitidos en

ensayos de aptitud o comparaciones interlaboratorio, siguiendo lineamientos de la norma NTC-ISO/IEC 17043:2010.

El Programa Interlaboratorio de Control de Calidad de Aguas Potables -PICCAP, es un programa oficial de Evaluación Externa Directa del Desempeño (PEEDD) del INS, que bajo el numeral 3° y 5° del artículo 7° del Decreto 1575 de 2007. Es requisito para la expedición de la Resolución de Autorización de Laboratorios en Salud Pública año a año, por parte del Ministerio de Salud y Protección Social-MSPS.

Población Objeto: El ensayo de aptitud o comparación interlaboratorio PICCAP, se oferta a laboratorios de Salud Pública, laboratorio de Empresas de Servicios Públicos, laboratorios de entidades oficiales, laboratorios de Universidades, laboratorios Particulares y otros que realizan análisis de aguas para consumo humano en Colombia.

El Grupo Calidad de Agua, creado como parte del rediseño institucional bajo la Subdirección Laboratorio Nacional de Referencia de la Dirección de Redes en Salud Pública del Instituto Nacional de Salud (GCA-SLNR-DRSP-INS); inicia funcionamiento en marzo de 2013, asumiendo el programa de la vigilancia de la calidad del agua para consumo humano en el país, dentro del cual se encuentra actualmente la función de coordinar el Programa Interlaboratorios de Control de Calidad de Aguas Potables- PICCAP.

El Grupo en su proceso de coordinación de la Red Nacional de Laboratorios para el Control y la Vigilancia de la Calidad del Agua para Consumo Humano, actualmente da cumplimiento al numeral 3 del artículo 27 del decreto 1575 de 2007 del MPS-MAVDT, requisitos mínimos para la autorización de los laboratorios que realizan análisis de agua para consumo humano; al proveer el Programa Oficial de Comparación entre laboratorios de ensayos de aguas para consumo humano-PICCAP, iniciado en el INS en 1996, que actualmente y en la mejora continua, se relaciona con el Sistema Nacional de Calidad de Colombia, siguiendo pautas del Instituto Nacional de Metrología-INM y del Organismo Nacional de Acreditación de Colombia-ONAC, para el fortalecimiento de la competencia de los laboratorios de ensayo o calibración en el sector de aguas potables del país.

El Grupo Calidad de Agua del INS, conforma la Subred de Ambiente junto con el IDEAM y en consonancia con las actividades realizadas con la Red Colombiana de Metrología-RCM del INM y de los procesos de acreditación de ensayos según ONAC, se mantiene como proveedor de Ensayos de Aptitud y en su plan de mejoramiento y para cumplimiento de requisitos de los sistemas de gestión, ha estado implementando las normas NTC-ISO/ IEC 17043:2010 y 13528:2005,

siguiendo sus lineamientos y criterios para evaluar el desempeño de los laboratorios inscritos oficialmente.⁵

5.3 IMPORTANCIA EN LA DETERMINACIÓN DE pH

El pH del agua está controlado por el equilibrio alcanzado por los compuestos disueltos en el sistema. En las aguas naturales, el pH es principalmente función del sistema de carbonatos (dióxido de carbono, ácido carbónico, bicarbonato y carbonato). La entrada de ácidos a un sistema de agua puede alterar sustancialmente el pH. La principal fuente de ácido son los drenajes de zonas mineras y la deposición ácida atmosférica.

El agua con bajo pH puede corroer las tuberías de distribución de las plantas de agua potable. Las tuberías son muy costosas de emplazar y la corrosión implica que algunas sustancias (principalmente iones metálicos como Cu, Pb, Zn y Cd) pueden entrar en el agua ya tratada. La ingestión de metales pesados puede ser un riesgo importante para la salud humana. El pH tiene unos valores máximos admisibles que para el agua potable están entre 6.5 y 9.0

Nota: El contenido de pH en el agua potable se asocia con la corrosividad, dureza, acidez, cloración, coagulación, estabilidad del dióxido de carbono y alcalinidad. [3]

5.3.1 DETERMINACIÓN DE pH (Método Potenciométrico)

El pH se determina por la medición de la fuerza electromotriz de una celda que comprende un electrodo indicador (un electrodo que responde a iones hidrógeno, tal como un electrodo de vidrio) sumergido en la solución de prueba, y el electrodo de referencia (generalmente un electrodo de mercurio/calomel). El contacto entre la solución de prueba y el electrodo de referencia es logrado usualmente por medición de una unión líquida, la cual forma parte del electrodo de referencia. Una diferencia de una unidad de pH produce un cambio de potencial de 58.16mV a 20°C. La fuerza electromotriz se mide con un medidor de pH, por ejemplo un voltímetro de alta impedancia calibrado en términos de pH.

⁵Programa interlaboratorios de control de calidad del agua potable. Disponible en: <http://www.ins.gov.co/tramites-y-servicios/programas-decalidad/PICCAP/Primer%20informe%20Piccap%202013-1.pdf>

5.4 IMPORTANCIA EN LA DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD

La alcalinidad del agua se define como su capacidad para neutralizar ácidos. Debido a que la alcalinidad de muchas aguas es función del contenido de carbonato, bicarbonato o hidróxido se toma como un indicador de la concentración de estos constituyentes. Los valores medidos también pueden incluir contribuciones de boratos, fosfatos, silicatos u otras bases que estén presentes.

La medición de este parámetro es de gran importancia en las aguas potables y residuales, ya que el tratamiento indicado depende en gran parte de la alcalinidad del agua.

La alcalinidad por exceso de concentración de metales alcalinotérreos tiene importancia para la determinación de la aceptabilidad de un agua para irrigación. Las determinaciones de alcalinidad se utilizan en la interpretación y el control de procesos de tratamiento de aguas limpias y residuales.

5.4.1 DETERMINACION DE ALCALINIDAD (Método de titulación)

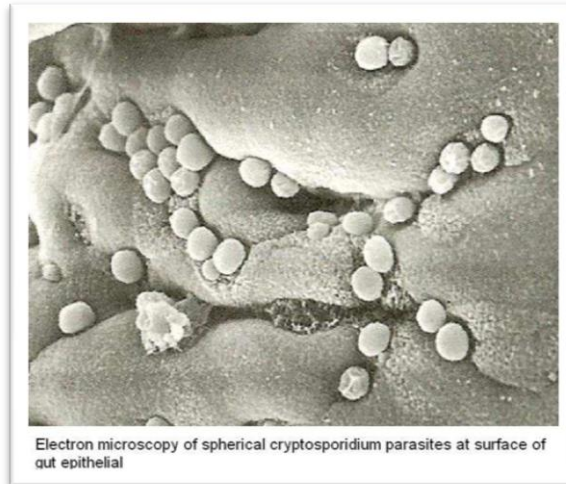
El fundamento del método se basa en que los iones hidroxilos presentes en una muestra como resultado de la disociación o hidrólisis de los solutos reaccionan con las adiciones de ácidos estándar. Por tanto la alcalinidad depende del pH del punto final utilizado. [5]

La alcalinidad se determina por titulación con una solución estándar de un ácido mineral fuerte a los puntos sucesivos de equivalencia del bicarbonato y el ácido carbónico. La titulación se efectúa a temperatura ambiente con un pH metro y un titulador automático calibrado, o mediante indicadores coloreados. Cuando se emplean indicadores coloreados se debe preparar y titular un blanco del indicador.

5.5 IMPORTANCIA EN LA DETERMINACIÓN DE TURBIDEZ

La turbiedad en agua se debe a la presencia de partículas suspendidas y disueltas. Materia en suspensión como arcilla, cieno o materia orgánica e inorgánica finamente dividida, así como compuestos solubles coloridos, plancton y diversos microorganismos. La transparencia del agua es muy importante cuando está destinada al consumo del ser humano, a la elaboración de productos destinados al mismo y a otros procesos de manufactura que requieren el empleo de agua con características específicas, razón por la cual, la determinación de la turbiedad es muy útil como indicador de la calidad del agua, y juega un papel muy importante en el desempeño de las plantas de tratamiento de agua, formando como parte del control de los procesos para conocer cómo y cuándo el agua debe ser tratada.

La turbidez del agua no solo tiene efectos adversos en las características estéticas y organolépticas del agua, también tiene influencia negativa en la indispensable desinfección para que el agua cumpla con la normatividad de agua potable.



Quistes de cryptosporidium

Para que la desinfección sea efectiva, el agua deberá estar completamente cristalina y con una turbidez no mayor de 2NTU's este requisito es indispensable ya que algunos microorganismos patógenos como la la giardia lambia y los quistes de cryptosporidium, tienen un caparazón el cual cierran como mecanismo de defensa cuando las condiciones son adversas.



Giardia lambia

Cuando esto ocurre, el agente químico desinfectante como puede ser el cloro, el ozono, el peróxido de hidrogeno o algún compuesto químico oxidante de la pared celular de los microbios, no tiene efectividad total, ya que algunos quistes sobreviven a la acción química del agente desinfectante y persisten como agentes patógenos. Lo mismo ocurre cuando se desinfecta con radiación Ultravioleta. Estos

microorganismos en forma de quistes son resistentes a la radiación UV. También la presencia de materia suspendida de origen vegetal o inorgánico puede evitar que la radiación UV llegue al microbio ya que este se encapsula en la partícula y evita que le llegue la radiación, de ahí la importancia que tiene la claridad (o ausencia de turbidez) en el agua potable.⁶

5.5.1 DETERMINACIÓN DE TURBIDEZ

Este método se basa en la comparación entre la intensidad de la luz dispersada por la muestra bajo condiciones definidas y la intensidad de luz dispersada por una suspensión de referencia bajo las mismas condiciones; a mayor dispersión de luz corresponde una mayor turbiedad. Las lecturas son realizadas empleando un turbidímetro calibrado con una suspensión de referencia de formacina preparada bajo condiciones específicas. El polímero de formacina ha sido elegido como referencia debido a que es fácil de preparar y en cuanto a sus propiedades de dispersión de luz es más reproducible que otros como arcilla o agua turbia natural.

⁶ Turbidez en el agua. Vista en: <http://filtrosyequipos.com/breves/turbidez.pdf>

5.6 TRATAMIENTO ESTADISTICO

Tabla 1. Parámetros de calidad para la precisión de métodos analíticos⁷

Términos	Formula
Desviación estándar absoluta (<i>s</i>)	$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{N - 1}}$
Desviación estándar relativa (<i>RSD</i>)	$RSD = \frac{s}{\bar{x}}$
Desviación estándar de la media (<i>s_m</i>)	$s_m = \frac{s}{\sqrt{N}}$
Coefficiente de variación (<i>CV</i>)	$CV = \frac{s}{\bar{x}} \times 100\%$
Varianza	s^2

Una vez obtenido los datos, es necesario realizar un tratamiento estadístico que permita obtener información de cada método, para lo cual se tiene en cuenta ciertos parámetros que sirven como criterios de confianza del método analítico.

⁷**Fuente:** Douglas Skoog, James Holler, Timothy Nieman. Principio de Análisis Instrumental, Mc Graw Hill. Quinta Edición, España 2001

Junto con los esquemas de ensayo de suficiencia (intercalibración), este estudio estadístico, es una prueba que permite al laboratorio ofrecer resultados analíticos de claridad y con un alto grado de confianza.

Entre los principales parámetros se encuentran:

5.6.1 LINEALIDAD.

Linealidad (LOL): Define la habilidad del método para obtener resultados de la prueba proporcionales a la concentración del analito.

Nota: Se deduce que el intervalo lineal es el intervalo de concentraciones del analito dentro del cual los resultados de prueba obtenidos por el método son proporcionales a la concentración del analito. Se conoce como el coeficiente de correlación (r^2) arrojado por la curva de calibración cuyo valor aceptable es 1 (Se determinaran los rangos lineales para cada ensayo usando patrones de referencia). [12].

5.6.2 PRECISION.

Indica el grado de concordancia entre los resultados obtenidos para replicas de una misma muestra, aplicando el mismo procedimiento experimental bajo condiciones prefijadas. Usualmente se expresa en términos de la DESVIACIÓN ESTANDAR (s). Otra forma de expresar la precisión es la Desviación Estándar relativa o COEFICIENTE DE VARIACION (Cv). Las medidas más comunes de la precisión son repetibilidad y reproducibilidad.

La repetibilidad es una medida de la precisión de datos obtenidos por un solo operador trabajando siempre en las mismas condiciones (equipos, materiales y reactivos). La reproducibilidad es una medida de la precisión de los datos obtenidos entre dos o más analistas y/o laboratorios que utilizan el mismo método y similares condiciones. [7]

5.6.3 DESVIACION ESTANDAR

Se conoce como un parámetro de calidad de la precisión. La desviación estándar da como resultado un valor numérico que representa el promedio de diferencia que hay entre los datos y la media. Se utiliza la siguiente formula.

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

Donde:

x_i es el dato que se está analizando

\bar{x} es la media de los datos

n es el número de medidas

5.6.4 COEFICIENTE DE VARIACION:

Es un parámetro estadístico que indica, en términos porcentuales, la dispersión de una serie de datos respecto al valor medio. El valor del coeficiente de variación (CV) es igual a 0 cuando no existen diferencias entre los puntos, resultando entonces una distribución totalmente homogénea. Se calcula como:

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

Donde:

s = Desviación estándar

\bar{x} = promedio

Para el análisis de la muestra se considera que una estimación con un coeficiente de variación:

- Hasta el 7% es precisa
- Entre el 8 y el 14%, significa que existe una apreciación aceptable
- Entre el 15 y el 20% precisión irregular y por lo tanto se debe utilizar con precaución
- Mayor del 20% indica que la estimación es poco precisa y por tanto debe utilizarse solo con fines descriptivos.

5.6.5 EXACTITUD

Es el grado de aproximación entre el valor obtenido experimentalmente y el valor real o aceptado; normalmente se expresa en términos de error. La exactitud expresada como el porcentaje de error, se calcula: [7]

$$\%E = \frac{(X_p - X_t) \times 100\%}{X_T}$$

Donde: X_p = Valor promedio obtenido
 X_t = Valor teórico

5.6.6 LIMITE DE DETECCION Y DE CUANTIFICACION

Se define a partir de la más pequeña cantidad detectable por encima del ruido de un procedimiento y dentro de un límite declarado de aceptación. [7]

Límite de detección del método (LDM): concentración de analito que cuando se procesa a través de un método completo, produce una señal con una probabilidad del 99% de ser diferente del blanco. Para siete réplicas de la muestra, la media debe ser 3,14 s veces superior al blanco, donde s es la desviación estándar de siete muestras. Para determinar el LDM se añade el analito al agua grado reactivo o a la matriz de interés para obtener una concentración (C_{Eb}) próxima al LDM estimado; se analizan diez partes de esta solución y se calcula la desviación estándar; a partir de una tabla de distribución desigual de t, se selecciona el valor de t para n-1 grados de libertad y un nivel de confianza del 95%.

$$LD = S_m + 3,3 S_{bl}$$

Donde:

S_m : La suma de las señales medidas del blanco
 S_{bl} a media de la señal del blanco.

Límite de cuantificación: (LQM): Concentración mínima que se puede cuantificar con precisión y exactitud, de manera confiable y reproducible. Se considera como un límite inferior para medidas cuantitativas precisas, opuesto a la detección cuantitativa

$$LQM = S_m + 10 * s$$

5.6.7 PORCENTAJE DE RECUPERACION

Es la capacidad que tiene un procedimiento analítico para determinar cuantitativamente una especie química que ha sido adicionada a una muestra. Se expresa como Porcentaje (R%) y se calcula como:

$$\%R = \frac{C_f - C_u}{CA} * 100$$

Donde:

Cf = concentración del analito en la muestra adicionada

CU = concentración de la muestra no adicionada

CA = Concentración conocida adicionada a la muestra

5.7 CONTROL DE CALIDAD⁸

Los gráficos de control permiten observar y analizar el comportamiento sobre el tiempo de un producto, que en nuestro caso es un resultado; dicho proceso nos permite evaluar si el resultado se encuentra o no bajo control, el criterio de elección de los patrones de control se determina internamente por el laboratorio, generalmente se maneja un estándar de bajo rango (EBC) y un estándar de alto rango (EAC).

Generalmente los gráficos de control vienen dados por 5 líneas paralelas, La línea central se genera con el promedio de los resultados de la variable analizada (LC). Las siguientes dos líneas superior e inferior corresponden a los límites de superior e inferior de alarma (LSA) (LIA), corresponden al promedio más dos desviaciones estándar y al promedio menos dos desviaciones estándar con un nivel de confianza del 95%. Las siguientes dos líneas pertenecen al límite superior de control (LSC) y límite inferior de control (LIC) y corresponden al promedio más tres desviaciones estándar y al promedio menos tres desviaciones estándar con un nivel de confianza del 99%.

Una vez elaborada la carta de control, la determinación analítica o control analizado se grafica en esta en función del tiempo, si el dato se encuentra dentro del LSA y el LIA se acepta que el resultado está bajo control estadístico, si el resultado está fuera del LSC o el LIC se dice que el resultado está fuera de control estadístico, por lo tanto es necesario tener los análisis y evaluar las causas de la desviación, corregirlas y tomar las acciones necesarias para evitar la repetición del suceso investigado.

⁸ Fuente: Grupo Salud Ambiental – Subdirector Red Nacional de Laboratorios –laboratorio Físicoquímico de Aguas. Basado en AWWA-APHA-Standard Methods for the examination of Wastewater

Para efectos prácticos es aconsejable recalcular los límites y promedios con una frecuencia que puede ser mensual, trimestral, anual, aunque esta decisión depende del número de mediciones que se obtenga en los procesos.

Figura1. Carta de control típica

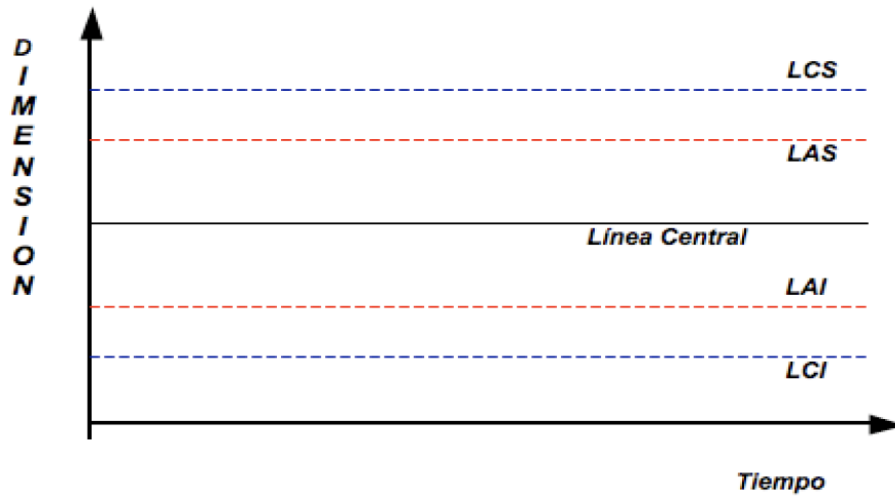
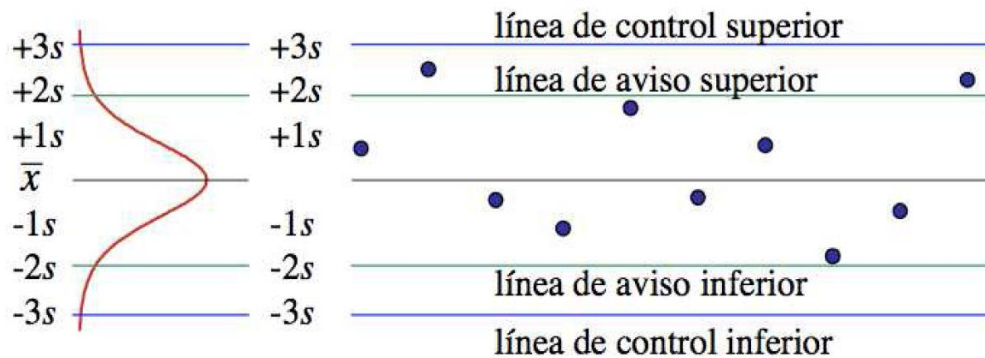


Figura 2. Límites de aviso y de control en una carta de control (parte derecha) y su relación con la distribución de la muestra de control.



5.7.1 Interpretación y Criterios de evaluación

Si los límites de advertencia se encuentran a un nivel de confianza del 95%, es posible que uno de veinte (20) datos en promedio pueda exceder ese límite, mientras que sólo uno de (100) datos podría exceder los límites de control.

Utilizando los anteriores lineamientos que están basados en estos parámetros estadísticos, es posible realizar el siguiente análisis.

Límite de control: Si una medida excede un límite de control, repita el análisis inmediatamente. Si la repetición se encuentra dentro de los límites de control, continúe con los análisis, si excede el límite de control es necesario parar los análisis y corregir el problema.

Límites de alarma: Si dos de tres puntos sucesivos exceden un límite de alarma analice otra muestra. Si el punto siguiente se encuentra dentro del límite de alarma continúe con los análisis, pero si el siguiente punto excede el límite de alarma evalúe el sesgo potencial y corrija el problema.

Desviación estándar: Si cuatro de cinco puntos sucesivos se encuentran por fuera de la primera desviación estándar, o se encuentran en orden creciente o decreciente, analice otra muestra. Si el resultado de este análisis se encuentra dentro de la primera desviación estándar o cambia la tendencia continúe con los análisis; de lo contrario, detenga el análisis y corrija el problema.

Tendencias: Si siete (7) muestras sucesivas se encuentran en el mismo lado de la línea central, es necesario parar los análisis y corregir el problema. Esta consideración aplica cuando los datos se encuentren por debajo o por encima de la línea central pero no en ambos lados. Después de corregir el problema reanalice las muestras analizadas dentro de la última medida controlada y las medidas que estaban fuera de control.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC**

**6. INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÉTRICO

6.1 OBJETIVOS

- Implementar el método Volumétrico para el análisis de Alcalinidad en aguas crudas y tratadas para consumo humano; por medio de la estandarización y verificación del mismo.
- Determinar los parámetros analíticos que se deben considerar en el desarrollo de la técnica de alcalinidad, por el método volumétrico.
- Determinar de manera experimental y para las condiciones del laboratorio de la AMAC los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza para la determinación de alcalinidad por el método volumétrico. Estos parámetros son: precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección y porcentaje de recuperación.

**6.2 CONCEPTOS TEÓRICOS DE LA METODOLOGÍA
UTILIZADA PARA MEDIR ALCALINIDAD**

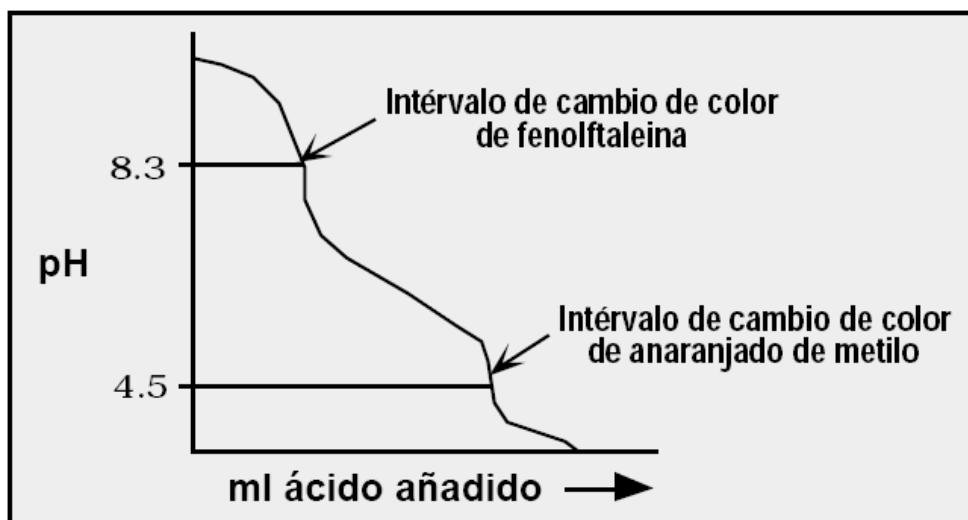
La alcalinidad se expresa como alcalinidad de fenolftaleína o alcalinidad total. Ambas formas se determinan por titulación con ácido sulfúrico. Un cambio de color por un indicador da el punto final. También se puede detectar con un metro de pH. La titulación se hace en dos fases: alcalinidad de fenolftaleína (titulamos la muestra hasta un pH de 8.3) y alcalinidad total (titulamos la muestra hasta un pH de 4.5 utilizando anaranjado de metilo, bromocresol verde o una mezcla de bromocresol verde y rojo metilo como indicador) (Figura 8).



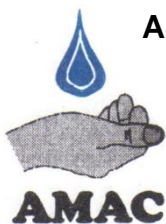
ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

Figura 3. Titulación de agua para determinar alcalinidad de fenolftaleína y Alcalinidad total



- ✓ Según añadimos ácido, se produce una caída gradual en el pH hasta llegar a 8.5. A partir de ese punto se observa una caída rápida en el pH con una inflexión pobremente definida alrededor del punto de equivalencia de **8.3**. En este punto la mayor parte del CO_3^{2-} se ha convertido a HCO_3^- y el color de la fenolftaleína cambia de rosado a incoloro.
- ✓ Con la adición de más ácido se produce una disminución gradual del pH, hasta que llegamos a otro punto de inflexión alrededor del pH **4.5**. Este punto corresponde a la conversión de la mayor parte del HCO_3^- a H_2CO_3 y CO_2 . Aquí el color del indicador anaranjado de metilo cambia de amarillo a rosa salmón.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.3 PUNTO FINAL

Punto Final: Cuando la alcalinidad se debe enteramente a carbonatos o bicarbonatos, el pH en el punto equivalente se determina por la concentración de dióxido de carbono en el ambiente. La concentración de CO₂ depende del total de especies de carbonato presentes originalmente y de cualquier pérdida que ocurra durante la titulación.

En la tabla 2, los valores de pH se proponen como los puntos de equivalencia para las concentraciones de alcalinidad correspondientes a mg de CaCO₃/L.

Tabla 2. Valores de pH en el Punto Final

Condición de la prueba		Valores de pH en el punto final	
		Alcalinidad total	Alcalinidad de fenolftaleína
Alcalinidad mg/CaCO ₃ /L	30	4.9	8.3
	150	4.6	8.3
	500	4.3	8.3
Silicatos, fosfatos conocidos o sospechoso		4.5	8.3
Análisis de rutina o automatizados		4.5	8.3
Sistemas complejos o agua residual		4.5	8.3



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

6.4. DETERMINACIÓN DEL CONTENIDO DE CARBONATOS Y BICARBONATOS
E HIDRÓXIDOS (ALCALINIDAD TOTAL) EN UNA MUESTRA

a) **Titulación al viraje de color:** Interpólese directamente las concentraciones de las muestras a partir de la curva de calibración o calcúlese la alcalinidad con la siguiente fórmula:

$$\text{Alcalinidad total (mgCaCO}_3\text{/L)} = \frac{AXNX 50000}{\text{muestra (ml)}}$$

Donde:

A = ml de ácido sulfúrico estándar utilizados en la titulación.

N = normalidad del ácido sulfúrico estándar utilizado para la determinación

b) **Para el cálculo de Alcalinidades relacionadas:** Los resultados obtenidos de la determinación de Alcalinidad Total y de la Fenolftaleína, ofrece un significado para la clasificación estequiométrica de las tres principales formas de Alcalinidad presentes en muchas aguas: Alcalinidad de carbonato, de hidróxido y de bicarbonato.

Debido a que los cálculos son hechos sobre una base estequiométrica, la concentración de iones no son representados en los resultados, en sentido estricto, lo cual puede diferir significativamente de la actual concentración especialmente a pH mayor de 10. De acuerdo a este esquema:



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

- 1) La alcalinidad de carbonato (CO_3^{2-}) se presenta cuando la alcalinidad de la fenolftaleína no es 0, pero es menor que la Alcalinidad total
- 2) La alcalinidad de hidróxido (OH^-) se presenta si la de la fenolftaleína supera la mitad de la Alcalinidad total.
- 3) La alcalinidad de bicarbonato (HCO_3^-) se presenta si la de la fenolftaleína es menor de la mitad de la total.

P: Alcalinidad de fenolftaleína

T: Alcalinidad Total

Seleccione el valor más pequeño de P o (T-P). Entonces la alcalinidad de carbonato es igual a dos veces el valor más pequeño.

Cuando el valor más pequeño es P el balance (T-2P) es bicarbonato.

Cuando el valor más pequeño es (T-P) el balance (2P-T) es hidróxido. Todos los resultados son expresados como CaCO_3 .

La conversión matemática de estos resultados se muestra a continuación en la tabla 3



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

La conversión matemática de estos resultados se muestra a continuación en la tabla 3

Tabla 3: Relaciones de alcalinidad

RESULTADOS DE LA TITULACION	ALCALINIDAD DE HIDROXIDO (CaCO₃)	ALCALINIDAD DE CARBONATO (CaCO₃)	CONCENTRACION DE BICARBONATO (CaCO₃)
P = 0	0	0	T
P < 1/2 T	0	2P	T - 2P
P = 1/2 T	0	2P	0
P > 1/2 T	2P - T	2(T - P)	0
P = T	T	0	0

P = alcalinidad de fenolftaleína (mg/L) CaCO₃

T = alcalinidad total (mg/L CaCO₃)



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

Los cálculos descritos en la tabla 3 están basados en las siguientes premisas:

- La fenolftaleína presenta un color rosado sólo si OH^- y/o CO_3^{2-} están presentes.
- El naranja de metilo presenta un color amarillo sólo si HCO_3^- está presente.
- Durante la titulación con el ácido, cualquier CO_3^{2-} presente se convierte primero a HCO_3^- .
- La alcalinidad de fenolftaleína mide todo el hidróxido presente y la mitad (1/2) de la alcalinidad producida por carbonato (CO_3^{2-}).
- La alcalinidad del naranja de metilo mide la alcalinidad de bicarbonato inicial y la mitad del carbonato, de estar éste presente.

6.5 ALCANCE DEL METODO

Este método es aplicable en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (domestica e industrial) y aguas subterráneas.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.6 INTERFERENCIAS DEL METODO

La presencia de jabones, materia oleosa, sólidos suspendidos, o precipitados pueden enmascarar o dificultar la observación del viraje de color del indicador. Para la realización del análisis no se debe filtrar, diluir, concentrar o alterar la muestra.

El cloro residual presente en las aguas tratadas interfiere con el viraje de los indicadores, por lo que debe agregarse solución de tiosulfato de sodio para eliminarlo.

6.7 VALORES DE REFERENCIA

Según la resolución 2115 de 22 de junio de 2007, el valor máximo admisible para alcalinidad en aguas potables es de 200mg de CaCO_3/L

6.8 METODOLOGÍA

Se siguió el procedimiento descrito en el protocolo para análisis, para el método de alcalinidad el cual está basado en el STÁNDAR METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER AND WASTEWATER 21^h Ed. 2005. APHA, AWWA, WEF



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.9 MATERIALES Y EQUIPOS

- pH metro
- Balanza analítica
- Estufa
- Pipeta graduadas de 5 y 10ml
- Pipeta volumétrica de 1, 5 y 10ml
- Balón volumétrico de 250 y 1000ml
- Erlenmeyer de 250ml
- Buretas de 25ml con división de escala de 0,05 ml.
- Probetas de 50, 100ml
- Beaker de 50ml
- Vidrio de reloj
- Espátula
- Frasco lavador

6.10 REACTIVOS

Solución de carbonato sódico, aproximadamente 0.05N:

- Secar a 250°C, durante cuatro (4) horas, 3 a 5g de Na_2CO_3 , patrón primario y enfriar en un desecador.
- Pesar $2.5 \pm 0.2\text{g}$ del reactivo seco y disolver en un poco de agua destilada; transferir la solución a un balón volumétrico de 1L, completar a la marca con agua destilada y homogenizar bien. No guardar por más de una semana.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÉTRICO

Acido sulfúrico estándar 0.1N: Diluir 2.8 ml de H_2SO_4 concentrado a 1L con agua destilada. Valorar de la siguiente manera:

Verter en un beaker 40.0ml exactos de la solución de $Na_2CO_3 = 0.05N$, anteriormente preparada (numeral 8.1), agregar 60ml de agua destilada o desionizada, y 3 gotas de naranja de metilo. Titular hasta cambio de color

La Normalidad del ácido se calcula de la siguiente manera:

$$Na = \frac{A * B}{53 * C}$$

Donde:

A = g de Na_2CO_3 disueltos en 1L de agua ($2.5 \pm 0.2g$)

B = ml de solución de $Na_2 CO_3$, tomados para la titulación (40ml)

C = Volumen total de ácido gastado en la titulación.

Una vez determinada la normalidad, N, exacta, se ajusta a 0.1N por medio de la siguiente relación:

$$V \times N = V' \times N'$$

1ml de esta solución equivale a 5.0mg de $CaCO_3$.

Acido sulfúrico estándar 0.02N: Medir 200ml de la solución valorada de ácido 0.1N y diluir a 1L con agua destilada o desionizada.

Valorar por titulación usando indicadores de color 15.0ml de la solución de $Na_2CO_3 0.05N$ de acuerdo al procedimiento del apartado 8.2; 1ml de esta solución equivale a 1.0mg de $CaCO_3$.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÉTRICO

Solución alcohólica de fenolftaleína: (Indicada a pH 8.3) Pesar 5.0g de fenolftaleína y disolver en 500ml de alcohol etílico o isopropílico al 95%, completar a 1L con agua destilada.

Si es necesario se agrega gota a gota solución de NaOH 0.02N hasta una coloración levemente rosada.

Solución indicadora de naranja de metilo: Pesar 0.5g del colorante naranja de metilo y aforar a 1l, filtrar

Tiosulfato sódico, 0.1N: Se disuelven 25.0g de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, se transfieren a un balón aforado de 1L y se enrasa con agua destilada.

Solución estándar de Carbonato de sodio 1000 mg/L (ppm)

Pesar 1.000g de carbonato de sodio en una balanza analítica con precisión de $\pm 0,0001$ (Previamente seco en estufa a 250 °C durante cuatro (4) horas y disolver en un poco de agua destilada, transferir la solución a un balón volumétrico de 1L, completar a la marca con agua destilada y homogenizar bien.

Estándar de control de 50 mg/L de Carbonato de sodio: Pesar 0.05g de Carbonato de y aforar a 1 L con agua desionizada. Mantener refrigerado y no conservar por más de una semana.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.11 MUESTREO Y PRESERVACION

Para este método analítico la muestra se recolecta en recipientes de vidrio o polietileno con un volumen mínimo de 200 ml, y se almacena refrigerada. Las botellas se llenan completamente y se tapan de forma hermética. Debido a que las muestras de residual pueden estar sujetas a la acción microbiana y a la pérdida o ganancia de CO₂ u otros gases cuando se exponen al aire, se debe analizar de forma inmediata, preferiblemente dentro de las 24 horas (1 día). Si hay sospecha de actividad biológica, analizar la muestra dentro de las 6 primeras horas. Evitar la agitación de la muestra y la exposición prolongada al aire.

6.12 DETERMINACIÓN DE ALCALINIDAD EN MUESTRAS DE AGUA

- Se debe evitar al máximo hacer diluciones de la muestra.
- La titulación debe hacerse sobre una superficie blanca.
- Utilizar un volumen de reactivo suficiente (20ml o mas de una bureta de 50ml) para obtener una precisión volumétrica relativamente buena, en tanto se mantiene un volumen de muestra suficientemente pequeño como para permitir puntos terminales netos. El volumen de muestra que se tome, no debe consumir más de 25.0ml de la solución titulante.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

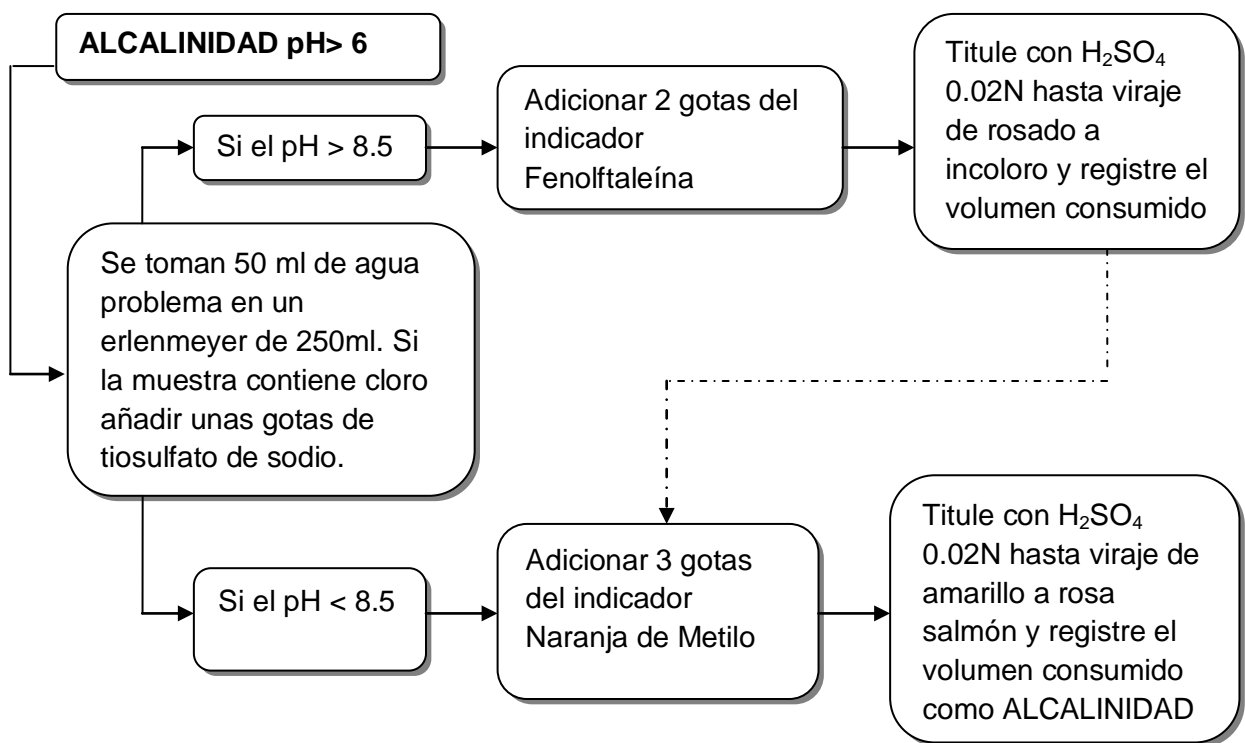
- Ajustar la muestra a la temperatura ambiente, no agite ni sirva varias muestras simultáneamente.
- Tomar con una probeta graduada el volumen de muestra seleccionado (50ml), y descargar en un erlenmeyer de 250ml.
- Si existe cloro residual libre, añadir 0.05 ml (una gota) de solución de $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0.1N.
- Añadir 3 gotas del indicador de fenolftaleína y mezcle suavemente. Si no aparece ningún color la alcalinidad a la fenolftaleína es cero; si aparece un color rosado o violeta titule con el ácido 0.02N titulando hasta que la muestra se torne incolora. y registre el dato como alcalinidad P.
- Adicionar a la misma muestra, 3 gotas de indicador naranja de metilo, lo que le da un color amarillo se continúa agregando ácido hasta el viraje del indicador a un color rojo salmón. El pH de la muestra en este punto es aproximadamente 4.5. Se anota el volumen total de ácido gastado como T. Si al adicionar la fenolftaleína la muestra no cambia de color, es porque el pH es menor que 8.3.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.13 DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA DETERMINACION DE ALCALINIDAD



6.14 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par con un estándar de 50mg/L para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

6.15 ESTABLECIMIENTO DE LA CURVA DE CALIBRACION

6.15.1 Patrones para la curva de calibración: Siguiendo la metodología descrita para la realización de la curva para la determinación de alcalinidad se prepararon los patrones a partir de una solución estándar preparada de 1000ppm de carbonato de sodio con la siguiente fórmula:

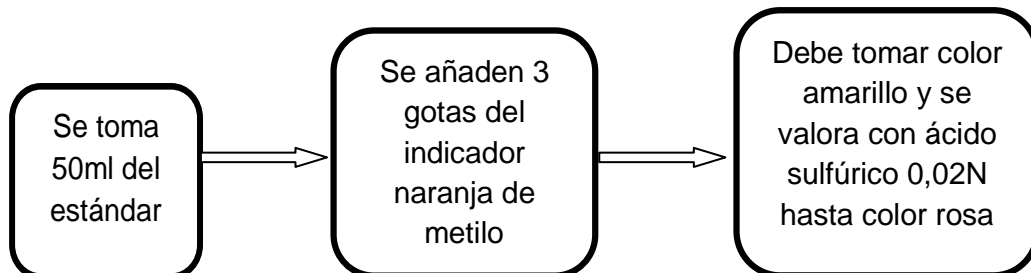
$$V_{patrón} = \frac{C \text{ dilución} \times V \text{ dilución}}{C_{patrón} \times 1000ppm}$$

6.15.2 Preparación de la curva de calibración: Se preparó la curva de calibración individual con una serie de 15 patrones de 100ml en matraz aforado en un intervalo de (0 a 200ppm)

Se realizaron 15 lecturas de volúmenes consumidos de cada uno para un tratamiento estadístico posterior.

6.15.3 Titulación patrones para la construcción de la curva de calibración:

Transferir a un matraz Erlenmeyer de 250ml, el estándar a titular de la siguiente forma.



La grafica de volumen de H_2SO_4 contra concentración de $CaCO_3$. Realizar gráfico con los patrones entre rango de 5 a 200 mg/L, realícese el ajuste por mínimos cuadrados y obténgase la ecuación de la recta.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

6.15.4 Resultados prácticos

La siguiente tabla corresponde a la curva de calibración para la técnica de alcalinidad:

Tabla 4. Curva de calibración para la alcalinidad

Concentración teórica CaCO_3 (mg/L)	Volumen gastado de H_2SO_4 (ml)
0	0,20
5	0,40
10	0,60
15	0,8
20	1,00
30	1,50
40	2,00
50	2,50
60	3,00
70	3,50
80	4,00
90	4,40
100	4,80
150	7,10
200	9,40



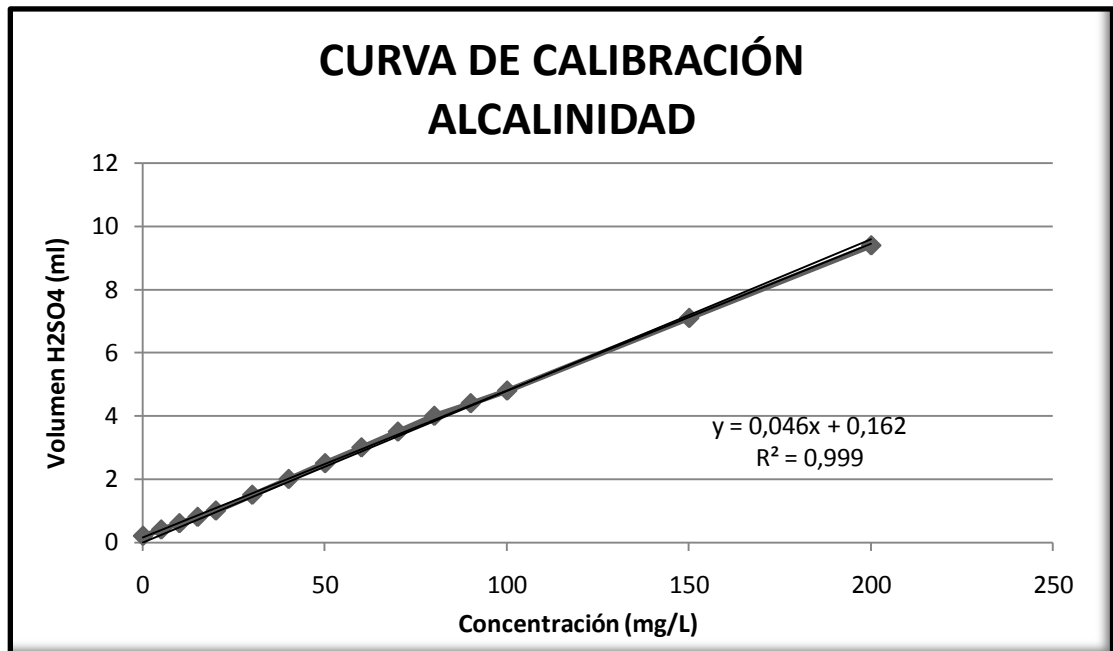
ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACIÓN Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

6.16 CONSTRUCCIÓN DE GRAFICAS

6.16.1 CURVA DE CALIBRACIÓN PARA LA DETERMINACIÓN DE
ALCALINIDAD

Grafica 1. Curva de calibración para la determinación de alcalinidad



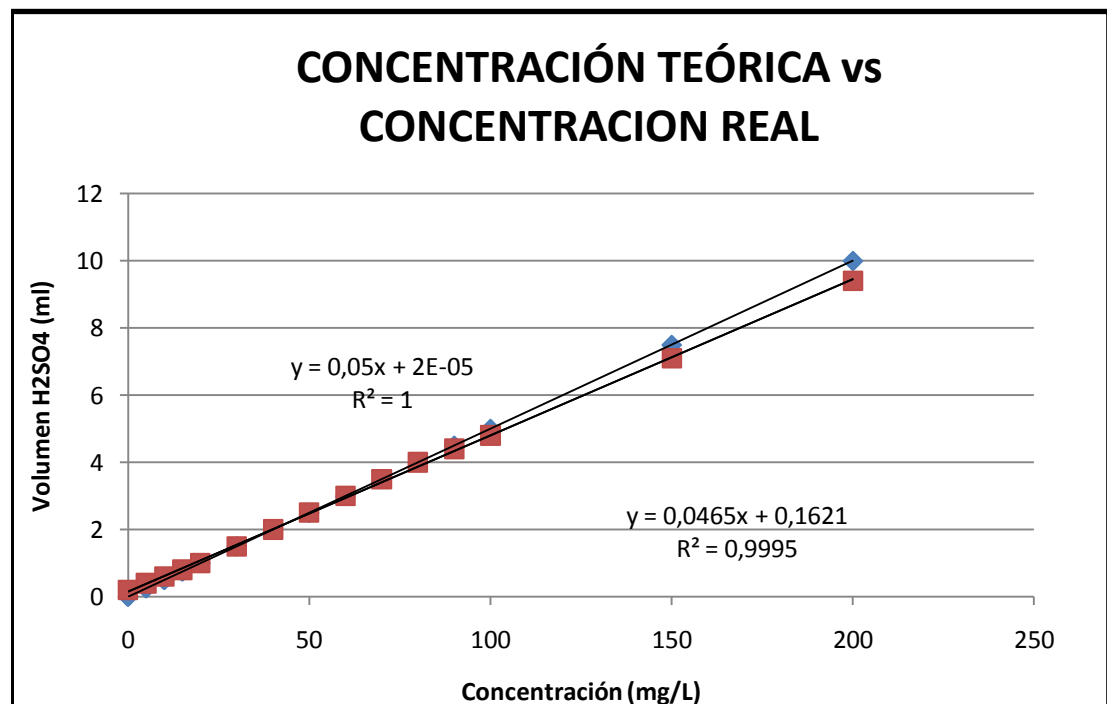


ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

Al realizar la comparación respectiva entre la concentración teórica y la concentración experimental tenemos que

Grafica 2. Curva de calibración teórica vs curva de calibración real para la determinación de alcalinidad.





**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.17 CARTA DE CONTROL

Antes de comenzar con la corrida de las muestras para la estandarización se realiza la carta de control con el fin de verificar de forma continua que si se esté cumpliendo con las metas trazadas y determinar y remediar cualquier deterioro con el tiempo.

Esta se realizó con los resultados obtenidos del estándar de control. Para el caso de alcalinidad se utilizó una solución de carbonato de sodio a una concentración de 50mg/L de acuerdo a la siguiente metodología:

- ✓ Se realizaron 20 mediciones del estándar de control de 50mg en forma consecutiva.
- ✓ Se calculó la desviación estándar (s) del promedio de los 20 datos.
- ✓ Se calculó el LSC, LIC, LSA, LIA.

Para hacer el seguimiento una vez elaborada la carta de control con los 20 datos iniciales se verifican los resultados correspondientes con cada lote de muestras, comprobando que el valor del estándar no se salga de los límites establecidos.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

Tabla 5. Solución de Carbonato de sodio 50mg/L

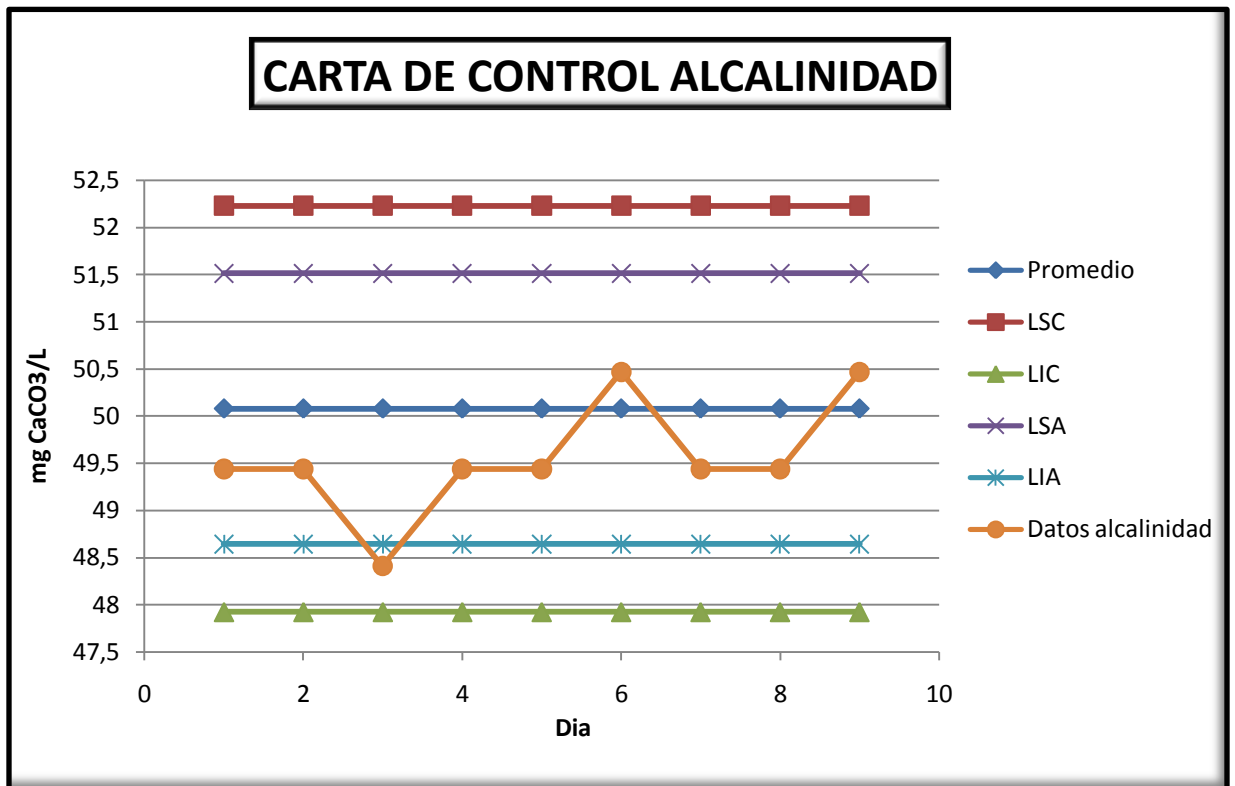
Nº DE MEDICIONES	NaCO ₃ 50ppm Volumen gastado de H ₂ SO ₄ 0.02N	CONCENTRACIÓN REAL
1	2.5	49,98
2	2.55	50,98
3	2.5	49,98
4	2.5	49,98
5	2.5	49,98
6	2.45	48,98
7	2.55	50,98
8	2.55	50,98
9	2.55	50,98
10	2.5	49,98
11	2.45	48,98
12	2.5	49,98
13	2.5	49,98
14	2.5	49,98
15	2.55	50,98
16	2.5	49,98
17	2.55	50,98
18	2.55	50,98
19	2.5	49,98
20	2.5	49,98
Media		50,23
Desviación estándar		0,639
Varianza de la muestra		0,408
Coficiente de variación		1,272



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

Grafica3. Carta de control alcalinidad





**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.18 PROCEDIMIENTO DE ESTANDARIZACIÓN

6.18.1 Parte experimental.

La parte experimental consiste en la corrida de las muestras y el registro de los resultados para cada grupo diario de muestras. En total se toman 9 ensayos con muestras por triplicado, en 9 días consecutivos.

6.18.2 Grupo de muestras por ensayo.

Del taller de de validación de método analíticos (sexto curso) dictado por el instituto nacional de salud, se siguió un protocolo en el cual se tuvieron 9 lotes constituidos por 1BK, 2 patrones de 0,09C y 0,9C, 2 muestras naturales y 2 muestras naturales con adiciones conocidas, a partir del estándar de 1000ppm preparado en el laboratorio.

- Bk = Blanco de reactivos = solución testigo
- Muestra natural (M1), agua de la llave
- Muestra natural (M2), agua embotellada.
- M1+A1 = (Solución de adicionado 0.4C = muestra + adición estándar)
- M2+A2 = (Solución de adicionado 0.7C = muestra M2 + adición estándar)
- 0.09 y 0.9C (solución estándar = solución patrón)
Donde C es el límite superior permitido del ámbito de concentración seleccionado. M1 agua de la llave y M2 agua embotellada

Cada grupo de muestras se analizan en el mismo día corriendo todas las muestras en forma paralela y a la misma hora aproximadamente y con todo el material lavado apropiadamente.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.18.3 Preparación de muestras

Se prepararon las muestras de la siguiente forma:

Se calculo y midió la cantidad del estándar, luego esta cantidad fue aforada hasta 1L con agua desionizada para el caso de 0.09C y 0.9C, pero para el caso de M1 + A1 y M2 + A2 se afora con M1 y M2 respectivamente. Excepto Bk, M1 y M2 de los cuales se tomaron 1L sin necesidad de adicionarles estándar.

Tabla 6. Preparación de muestras para la alcalinidad

Muestra	Concentración teórica (mg/l)	Volumen de solución estándar a tomar (mL)
M1+A1	M1+80mg/L	80mL
M2+A2	M2+ 140mg/L	140mL
0.09C	18 mg/L	18mL
0.9C	180 mg/L	180mL

Además se realizó una carta de control con una solución patrón de 50ppm; esto con el fin de verificar de forma continua que si se esté cumpliendo con las metas trazadas

El uso de estas metodologías para la estandarización permite obtener en forma experimental y para las condiciones particulares del laboratorio, los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza del método analítico; los cuales son: exactitud, precisión, linealidad, límite de detección, sensibilidad y porcentaje de recuperación.

Todo esto permite demostrar que los métodos analíticos validados proporcionan resultados confiables y adecuados para el propósito para el que están diseñados.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

6.19 RESULTADOS

Los siguientes lotes corresponden a 9 lotes analizados de forma consecutiva diferentes días.

Normalidad $H_2SO_4 = 0.0206$

Lote 1 de alcalinidad

Muestra	Volumen H_2SO_4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,00	5,00	5,05	5,02	103,34
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2+ A2	7,80	7,80	7,80	7,80	160,68
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04

Lote 2 de alcalinidad

Muestra	Volumen H_2SO_4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,15	0,20	0,20	0,18	3,78
M1	1,15	1,20	1,20	1,18	24,38
M1+ A1	5,10	5,00	5,05	5,05	104,03
M2	1,00	1,00	1,05	1,02	20,94
M2 + A2	7,75	7,80	7,80	7,78	160,34
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,35	8,40	8,40	8,38	172,70



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

Lote 3 de alcalinidad

Muestra	Volumen H2SO4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,2	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,00	5,00	5,10	5,03	103,69
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2 + A2	7,80	7,80	7,75	7,78	160,34
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04

Lote 4 de alcalinidad

Muestra	Volumen H2SO4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,10	1,10	1,10	1,10	22,66
M1+ A1	5,00	5,00	5,05	5,02	103,34
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2 + A2	7,80	7,75	7,80	7,78	160,34
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04

Lote 5 de alcalinidad

Muestra	Volumen H2SO4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,10	5,10	5,00	5,07	104,37
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2 + A2	7,75	7,80	7,80	7,78	160,34
0.09C	0,80	0,70	0,80	0,77	15,79
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

Lote 6 de alcalinidad

Muestra	Volumen H ₂ SO ₄ 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,00	5,00	5,05	5,02	103,34
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2 + A2	7,80	7,80	7,80	7,80	160,68
0.09C	0,80	0,80	0,75	0,78	16,14
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04

Lote 7 de alcalinidad

Muestra	Volumen H ₂ SO ₄ 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,05	5,00	5,00	5,02	103,34
M2	1,00	1,00	1,50	1,17	24,03
M2 + A2	7,70	7,75	7,70	7,72	158,96
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,40	8,40	8,45	8,42	173,38

Lote 8 de alcalinidad

Muestra	Volumen H ₂ SO ₄ 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,25	0,20	0,20	0,22	4,46
M1	1,20	1,20	1,20	1,20	24,72
M1+ A1	5,00	5,00	5,05	5,02	103,34
M2	1,00	1,05	1,00	1,02	20,94
M2 + A2	7,70	7,70	7,70	7,70	158,62
0.09C	0,80	0,70	0,70	0,73	15,11
0.9C	8,40	8,40	8,40	8,40	173,04



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

Lote 9 de alcalinidad

	Volumen H2SO4 0.02N			X	Concentración mg/L
Bk	0,20	0,20	0,20	0,20	4,12
M1	1,20	1,20	1,15	1,18	24,38
M1+ A1	5,05	5,00	5,00	5,02	103,34
M2	1,00	1,00	1,00	1,00	20,60
M2 + A2	7,80	7,80	7,75	7,78	160,34
0.09C	0,80	0,80	0,80	0,80	16,48
0.9C	8,30	8,40	8,40	8,37	172,35

6.20 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS DATOS

A. Linealidad de la curva de calibración

El coeficiente de correlación obtenido de la curva de calibración fue de 0.9995

B. Precisión

- **Desviación Estándar Absoluta (s):** La desviación estándar para una muestra de datos de tamaño limitado viene dada por la ecuación:

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

Donde:

X_i = Valor i-ésimo medido

\bar{X} = Media de la muestra o promedio de un conjunto finito de datos

N = Numero de medidas



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

Se calcula para los datos de la tabla 7, obteniéndose los siguientes resultados:

Bk= 0.170
Muestra M1= 0.675
Muestra M2= 0.125
M1+A1= 0.380
M2+A2= 0.745
0.09C= 0.478
0.9C= 0.286

- **Desviación Estándar Relativa (RSD):** Con la desviación estándar absoluta s y la media \bar{x} y utilizando la formula descrita a continuación, se obtuvo los siguiente resultados:

$$RSD = \frac{s}{\bar{X}}$$

Bk=0.041
Muestra M1= 0.028
Muestra M2= 0.053
M1+A1= 0.004
M2+A2=0.005
0.09C= 0.029
0.9C= 0.002



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

- **Desviación Estándar de la Media:** La desviación estándar de la media se calculó la desviación estándar absoluta s y la raíz del número de muestras $N = 9$, y utilizando la siguiente ecuación, se obtuvieron los siguientes resultados:

$$Sm = \frac{s}{\sqrt{N}}$$

Bk=0.057
Muestra M1= 0.225
Muestra M2= 0.375
M1+A1= 0.127
M2+A2= 0.248
0.09C= 0.159
0.9C= 0.095

- **Coefficiente de Variación (CV):** El coeficiente de variación se calculó con la desviación estándar absoluta s y la media \bar{x}

$$CV = \frac{s}{\bar{X}} \times 100\%$$

Estos son los resultados:

Bk=4.126%
Muestra M1= 2.763%
Muestra M2= 5,341%
M1+A1= 0.367%
M2+A2= 0.466%
0.09C= 2,949%
0.9C= 0.165%

- **Varianza (s^2):** La varianza es el cuadrado de la desviación estándar s , Los resultados obtenidos son los siguientes:



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

Bk= 0.029
Muestra M1= 0.0455
Muestra M2= 1,265
M1+A1= 0.144
M2+A2= 0.555
0.09C= 0.229
0.9C= 0.082

C. Exactitud

- **Límites de Confianza:** Se calcularon los límites de confianza para la determinación de alcalinidad utilizando la desviación estándar de las concentraciones obtenidas para cada una de las muestras analizadas. Calculándose para un nivel de confianza del 95%, el valor de z se encuentra en la tabla 33, para determinados niveles de confianza utilizando la siguiente ecuación:

$$Lc = \bar{X} \pm \frac{Z\sigma}{\sqrt{N}}$$

Para un nivel de confianza del 95%, z = 1,96

➤ Grupo 1: Bk

S = 0.170 \bar{x} = 4,12

$$LC\ 95\% = 4,1 \pm \frac{1,96 \times 0.170}{\sqrt{9}}$$

$$LC\ 95\% = 4,1 \pm 0.11$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que \bar{x} = 4,1 se encuentre entre 4,21 y 3.99 ppm de CaCO³.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

➤ Grupo2: M1

$$S = 0.675 \quad \bar{x} = 24.416$$

$$LC \ 95\% = 24.42 \pm \frac{1,96 \times 0,675}{\sqrt{9}}$$

$$LC \ 95\% = 24.42 \pm 0,441$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que $\bar{x} = 24.42$ se encuentre entre 24.861 y 23.979 ppm de CaCO_3 .

➤ Grupo 3: M2

$$S = 1,125 \quad \bar{x} = 21,057$$

$$LC \ 95\% = 21,06 \pm \frac{1,96 \times 1,125}{\sqrt{9}}$$

$$LC \ 95\% = 21.06 \pm 0.735$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que $\bar{x} = 21.06$ se encuentre entre 21,795 y 20,325 ppm de CaCO_3 .

➤ Grupo 4: M1+A1

$$S = 0.380 \quad \bar{x} = 103.578$$

$$LC \ 95\% = 103.58 \pm \frac{1,96 \times 0.380}{\sqrt{9}}$$

$$LC \ 95\% = 103.58 \pm 0.25$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que $\bar{x} = 103.58$ se encuentre entre 103.83 y 103.33 ppm de CaCO_3 .



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

➤ Grupo 5: M2+A2

S = 0.745 \bar{x} = 160.071

$$LC\ 95\% = 160.07 \pm \frac{1,96 \times 0.745}{\sqrt{9}}$$

$$LC\ 95\% = 160.07 \pm 0.49$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que \bar{x} = 160.07 se encuentre entre 160.56 y 159.58 ppm de CaCO_3 .

➤ Grupo 6: 0.09C

S = 0.478 \bar{x} = 16.213

$$LC\ 95\% = 16.21 \pm \frac{1,96 \times 0.478}{\sqrt{9}}$$

$$LC\ 95\% = 16.21 \pm 0.312$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que \bar{x} = 16.21 se encuentre entre 16.52 y 15.90 ppm de CaCO_3 .

➤ Grupo 7: 0.9C

S = 0.286 \bar{x} = 172.963

$$LC\ 95\% = 172.96 \pm \frac{1,96 \times 0.286}{\sqrt{9}}$$

$$LC\ 95\% = 172.96 \pm 0.187$$



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL

METODO VOLUMÈTRICO

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que $\bar{x} = 172.96$ se encuentre entre 173.15 y 172.77 ppm de CaCO_3

- **Límite de detección:**

El límite de detección esta dado por:

$$LD = S_m + 3.3 S_{bl}$$
$$LD = 4.681$$

Donde S_m es la suma de las señales medidas del blanco y S_{bl} la media de la señal del blanco

- **Límite de cuantificación:**

De acuerdo a la ecuación del numeral 5.67 tenemos que:

$$LQO = 10 (S) + Blanco$$
$$LQO = 5.82$$

- **Sensibilidad analítica:** Normalmente se mide como la pendiente de la curva de calibración

$$y = \frac{m}{S_s}$$



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÉTRICO

6.21 Tabla 7. RESUMEN DE LOS RESULTADOS OBTENIDOS PARA LA ESTANDARIZACION Y VERIFICACION DE ALCALINIDAD

LOTE	Control 50ppm	Bk 1	M1	M2	M1+A1	M2+A2	0.09C	0.9C
Concentración (mg/L)								
1	49,44	4,12	24,72	103,41	20,60	160,68	16,48	173,04
2	49,44	3,78	24,38	104,03	20,94	160,34	16,48	172,70
3	48,41	4,12	24,72	103,69	20,60	160,34	16,48	173,04
4	49,44	4,12	22,66	103,34	20,60	160,34	16,48	173,04
5	49,44	4,12	24,72	104,37	20,60	160,34	15,79	173,04
6	50,47	4,12	24,72	103,34	20,60	160,68	16,14	173,04
7	49,44	4,12	24,72	103,34	24,03	158,96	16,48	173,38
8	49,44	4,46	24,72	103,34	20,94	158,62	15,11	173,04
9	50,47	4,12	24,38	103,34	20,60	160,34	16,48	172,35
Media	49,554	4,120	24,416	103,57 8	21,057	160,07 1	16,213	172,96 3
Desviación estándar	0,619	0,170	0,675	0,380	1,125	0,745	0,478	0,286
CV	1,249	4,126	2,763	0,367	5,341	0,466	2,949	0,165
Desviación estándar de la media	0,206	0,057	0,225	0,127	0,375	0,248	0,159	0,095
Varianza de la muestra	0,383	0,029	0,455	0,144	1,265	0,555	0,229	0,082
Desviación estándar relativa	0,012	0,041	0,028	0,004	0,053	0,005	0,029	0,002



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.21.1 Adición de estándar para la determinación de alcalinidad

6.21.1.1 Tabla 8. Adición estándar M1+ A1

Concentración (mg/L) Adición estándar 0.4C	F_R Frecuencia relativa	%Er	%R Adición estándar 0.4C
103,41	1	0,96	98,74
104,03	1	0,37	99,52
103,69	1	0,70	99,09
103,34	5	1,03	98,66
104,37	1	0,04	99,94
$\bar{x} = 103,77$	N=9		$\bar{x} = 99,19$

6.21.1.2 Tabla 9. Adición estándar M2+A2

Concentración (mg/L) Adición estándar 0.7C	F_R Frecuencia relativa	%Er	%R Adición estándar 0.7C
160,68	2	0,23	99,73
160,34	5	0,45	99,49
158,96	1	1,30	98,50
158,62	1	1,51	98,26
$\bar{x} = 159,65$	N=9		$\bar{x} = 99,00$

Nota: %R (porcentaje de recuperación), %Er (porcentaje error relativo).



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.21.1.3 Tabla 10.Estándar 0.09C

Concentración (mg/L)	F_R	%Er
Estándar 0.9C	Frecuencia relativa	
16,48	6	8,44
15,79	1	12,28
16,14	1	10,33
15,11	1	16,06
$\bar{x} = 15,88$	N=9	$\bar{x} = 11,78$

6.21.1.4 Tabla 11.Estándar 0.9C

Concentración (mg/L)	F_R	%Er
Estándar 0.9C	Frecuencia relativa	
173,04	6	3,87
172,70	1	4,06
173,38	1	3,68
172,35	1	4,25
$\bar{x} = 172,87$	N=9	$\bar{x} = 3,96$



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

6.22 INTERPRETACION DE RESULTADOS

De acuerdo a los datos obtenidos para el análisis de alcalinidad

- **Precisión:** Se define como precisión a la dispersión de los resultados obtenidos para una muestra procesada varias veces por un ensayo, En este estudio se determinó la precisión por medio de la desviación estándar y el coeficiente de variación.

La desviación estándar que se muestra en la tabla 7 para todas las muestras leídas es muy pequeña, lo que significa que los datos que se obtuvieron no son muy variables entre sí, indicando que no hay mayor dispersión en los mismos.

Por otra parte el coeficiente de variación que arroja las muestras naturales, estándares de 0.09C, 0.9C y las muestras adicionadas demuestra que el método es preciso debido a que no sobrepasan el límite (5 %) indicando que el método es reproducible y por consiguiente preciso.

- **Linealidad:** El valor de $r = 0.995$ en la curva de calibración en la determinación de alcalinidad, muestra una buena correlación en la variable en la curva, esto quiere decir que la calidad de la recta obtenida es buena
- **La sensibilidad:** La sensibilidad de calibración se define como la pendiente de la línea de calibración, en este caso la pendiente obtenida, es decir, la sensibilidad de calibración s para la curva de calibración para alcalinidad fue de: 0.0465mg/L CaCO₃



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION Y VERIFICACION
DE ALCALINIDAD TOTAL**

METODO VOLUMÈTRICO

- **Porcentaje de recuperación:** El porcentaje de recuperación para las muestras adicionadas se encuentra dentro del rango requerido 98%-102%.[19] concluyendo que el método es recuperable.

- **Limite de detección y de cuantificación**

EL límite de detección obtenido en la determinación de alcalinidad fue de 4.681 y el límite de cuantificación fue de 5,82

El establecimiento de estos límites indica que, valores por debajo de 4.681 no son detectables, concentraciones por encima de este valor proporcionan una señal significativamente diferente a la señal del blanco, pero son cuantitativas, finalmente concentraciones por encima de 5,82 son cuantitativas y reproducibles con un alto grado de confianza.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC

7. INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.1 OBJETIVOS

- Implementar el método electrométrico para el análisis de pH en aguas crudas y tratadas para consumo humano; por medio de la estandarización y verificación del mismo.
- Determinar los parámetros analíticos que se deben considerar en el desarrollo de la técnica de pH, por el método potenciométrico.
- Determinar de manera experimental y para las condiciones del laboratorio de la AMAC los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza para la determinación de pH por el método potencio métrico. Estos parámetros son: precisión y exactitud.

7.2 FUNDAMENTO DEL METODO [16]

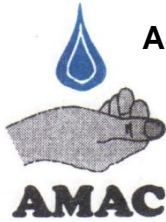
Para efectos de este método se aplican las siguientes definiciones:

Acidez activa: Corresponde a los iones hidrógeno en agua y en solución

pH: Logaritmo negativo de la actividad de iones H^+ en el agua o soluciones. Este valor expresa la acidez activa y se representa matemáticamente de la siguiente manera:

pH = - Log (aH⁺); donde aH⁺ = actividades de iones hidrógeno

El pH es la medida de la concentración de los iones hidrógeno (H^+) o en su defecto de los iones hidroxilos (OH) en el agua. Cuando proliferan los iones de hidrógeno el valor de pH se ubica entre 0 y 7 y se dice que es ácida.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

Por otra parte cuando los iones hidroxilo son los que abundan el valor se sitúa entre 7-14 se dice que el agua es básica o alcalina.

En disoluciones diluidas en lugar de utilizar la actividad del ion hidrogeno, se le puede aproximar utilizando la concentración molar del ion hidrogeno.

Por ejemplo, una concentración de $[H^+] = 1 \times 10^{-7}M$ (0,0000001) es simplemente un pH de 7 ya que: $pH = -\log[10^{-7}] = 7$

Se considera que p es un operador logarítmico sobre la concentración de una solución: $p = -\log[...]$. También se define el pOH, que mide la concentración de iones OH^-

Puesto que el agua está disociada en una pequeña extensión en iones OH^- y H^+ tenemos que:

$$K_w = [H^+][OH^-] = 10^{-14}$$

en donde $[H^+]$ es la concentración de los iones hidrógeno, $[OH^-]$ la de los iones hidroxilo, y K_w es una constante conocida como producto iónico del agua

Por lo tanto

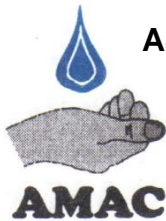
$$\log K_w = \log [H^+] + \log [OH^-]$$

$$-14 = \log [H^+] + \log [OH^-]$$

$$14 = -\log [H^+] - \log [OH^-]$$

$$pH + pOH = 14$$

Por lo que se puede relacionar directamente el valor de pH con el del pOH



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.3. ALCANCE DEL METODO

Este método es aplicable a la determinación del pH en aguas para consumo humano y se extiende también para muestras de agua superficial, agua residual (doméstica e industrial) y aguas subterráneas. Se recomienda preferiblemente utilizar la lectura in situ.

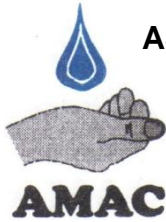
7.4 VALORES DE REFERENCIA

Según la resolución 2115 de 22 de junio de 2007, los límites admisibles de pH en agua potable son de 6.5 a 9.0 unidades.

7.5 INTERFERENCIAS DEL MÉTODO

El electrodo de vidrio está relativamente libre de interferencias por color, turbiedad, material coloidal, oxidantes, reductores o alta salinidad, excepto por error de sodio a un pH mayor de 10. Este error se reduce al usar electrodos especiales de “bajo error de sodio”. Cuando en la muestra exista presencia de una fase orgánica realizar una filtración para evitar el taponamiento de la membrana de intercambio.

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



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.6 METODOLOGÍA

Se siguió el procedimiento descrito en el protocolo para análisis, para el método de pH el cual está basado en el Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater 22 Ed

7.7 MATERIALES Y EQUIPOS

- Medidor de pH de laboratorio
- Vasos de precipitado, probetas ya sean de vidrio o de plástico.
- Frasco lavador
- Frasco de plástico
- Papel de arroz o toallas de papel absorbente

7.8 REACTIVOS Y MUESTRAS INVOLUCRADAS EN LA ESTANDARIZACIÓN

Los reactivos usados son:

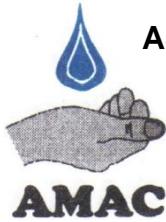
Solución de KCl 3M: Disolver 223.65g de KCl en 1L de agua

Buffer pH 4.00:

Buffer pH 7.00

Buffer pH 10.01

Agua destilada o desionizada



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.9 MUESTREO Y PRESERVACION

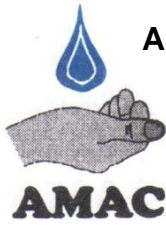
Las muestras para determinar pH, deberán ser tomadas en recipientes de polipropileno y asegurándose que estén bien tapadas, se recomienda analizar el pH lo más pronto posible y evitar la exposición al aire, en especial las muestras de aguas alcalinas, ya que el CO₂ del aire, tiende a reaccionar con la alcalinidad de la muestra y variar su pH.

7.10 PRECAUCIÓN DEL METODO

La variación de temperatura de todas las disoluciones empleadas, patrones de calibración y disoluciones referencia no debe exceder en 1°C.

El electrodo combinado de vidrio debe estar en perfectas condiciones de uso, completamente inundado de disolución de electrolito KCl 3M y sin defectos aparentes.

Seguir la instrucción correspondiente para la medida de pH.



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.11 PROCEDIMIENTO

Síganse las instrucciones del fabricante, en cada caso, para el medidor de pH para conservación y preparación de los electrodos para su uso.

a.- Calibrado del aparato: Antes de medir el pH se procede a la calibración del aparato de medida, mediante el uso de patrones de calibrado de pH conocido; para este caso, se utilizaron soluciones de referencia de pH (4,0 y 7,0).

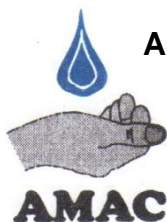
Antes de su uso extráigase el electrodo de la solución de conservación, lávese y séquese con un paño suave, sumérgase en la solución de calibración inicial “pH 4.0”, y remueva hasta cuando se estabilice la lectura. Pulse y mantenga la tecla durante 2 segundos. Relajar cuando CAL aparece. El pH- metro vuelve al modo inicial y “L” aparece. Sáquese el electrodo del primer tampón, lávese bien con agua destilada, séquese y sumérgase en el segundo tampón. Reitere las operaciones para pH 7.0 y 10.01 si es necesario “M” y “H” aparece una vez la calibración acabada.

Elevar y enjuagar los electrodos con agua destilada.

b – Medida de rutina: Una vez calibrado el aparato se procede a la medida del pH de las muestras, introduciendo el electrodo de medida en el recipiente que contiene la muestra y agitando ésta continuamente hasta conseguir una medida constante.

Enjuagar los electrodos con agua destilada

Almacenar los electrodos en solución KCl saturado.

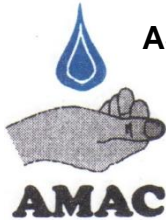


**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

El propósito de la estandarización es ajustar la respuesta del electrodo de vidrio al instrumento. Cuando se hacen mediciones frecuentes y el instrumento es estable, la verificación y el ajuste se pueden hacer con menor frecuencia.

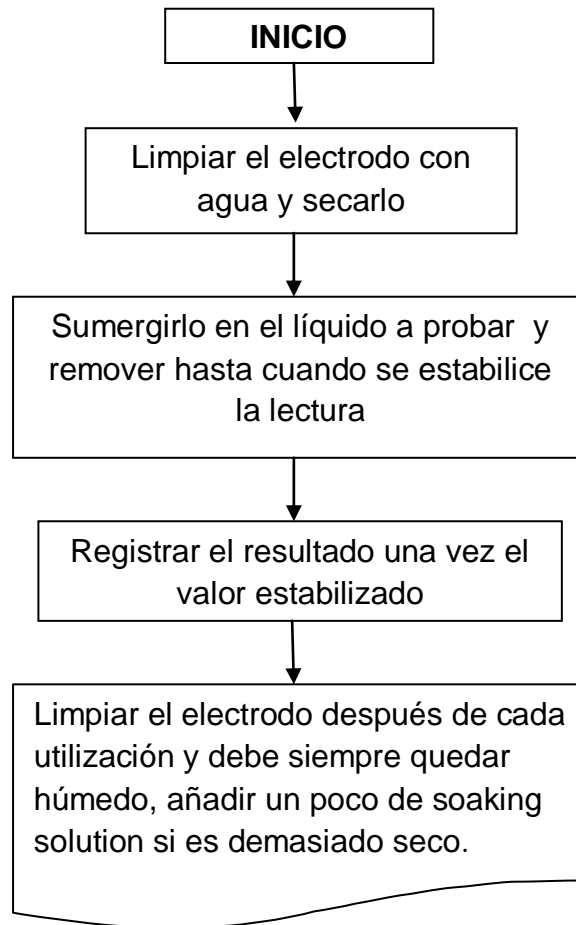
Elija una solución buffer estándar de una concentración conocida y que se encuentre dentro del rango de la curva de calibración cada vez que se procesen muestras, con el fin de realizar un control, Cuando el error se hace demasiado grande se debe descartar el electrodo. La solución buffer de control utilizada para la estandarización fue una solución de referencia de pH 10.

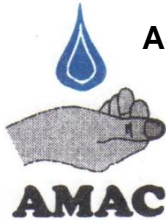


ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.12 DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA DETERMINACION DE
pH





**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.13 PRECISION Y EXACTITUD

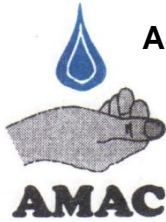
La precisión y la exactitud dependen del tipo y condición del medidor de pH y de la técnica de estandarización y operación. Para modelos nuevos y con el cuidado apropiado, puede alcanzarse una precisión de ± 0.02 unidades de pH y una exactitud de ± 0.05 unidades de pH. Sin embargo, ± 0.1 unidades de pH representan el límite de exactitud bajo condiciones normales.

7.14 CONTROL DE CALIDAD

Cada lote de muestras debe determinarse a la par con un estándar primario o secundario de 10.0 unidades. Se sugiere que éste proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

7.15 CALCULO

Lectura directa, unidades de pH



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

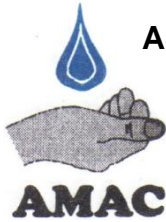
7.16 CARTAS DE CONTROL

Antes de comenzar con la corrida de las muestras para la estandarización se realiza la carta de control con el fin de verificar de forma continua que si se esté cumpliendo con las metas trazadas y determinar y remediar cualquier deterioro con el tiempo.

Esta se realizó con los resultados obtenidos del estándar de control. Para el caso del pH se utilizó un buffer de pH 10 de acuerdo a lo siguiente metodología:

- ✓ Se realizaron 20 mediciones del estándar de pH 10 en forma consecutiva
- ✓ Se calculó la desviación estándar (s) del promedio de los 20 datos.
- ✓ Se calculó el LSC, LIC, LSA, LIA

Para hacer el seguimiento una vez elaborada la carta de control con los 20 datos iniciales se verifican los resultados correspondientes con cada lote de muestras, comprobando que el valor del estándar no se salga de los límites establecidos.

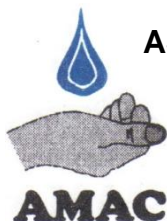


**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH
MÉTODO ELECTROMETRICO**

7.17 CONSTRUCCIÓN DE LA GRAFICA DE CONTROL PARA pH

Tabla 12. Equivalente de pH experimental del buffer pH 10.0

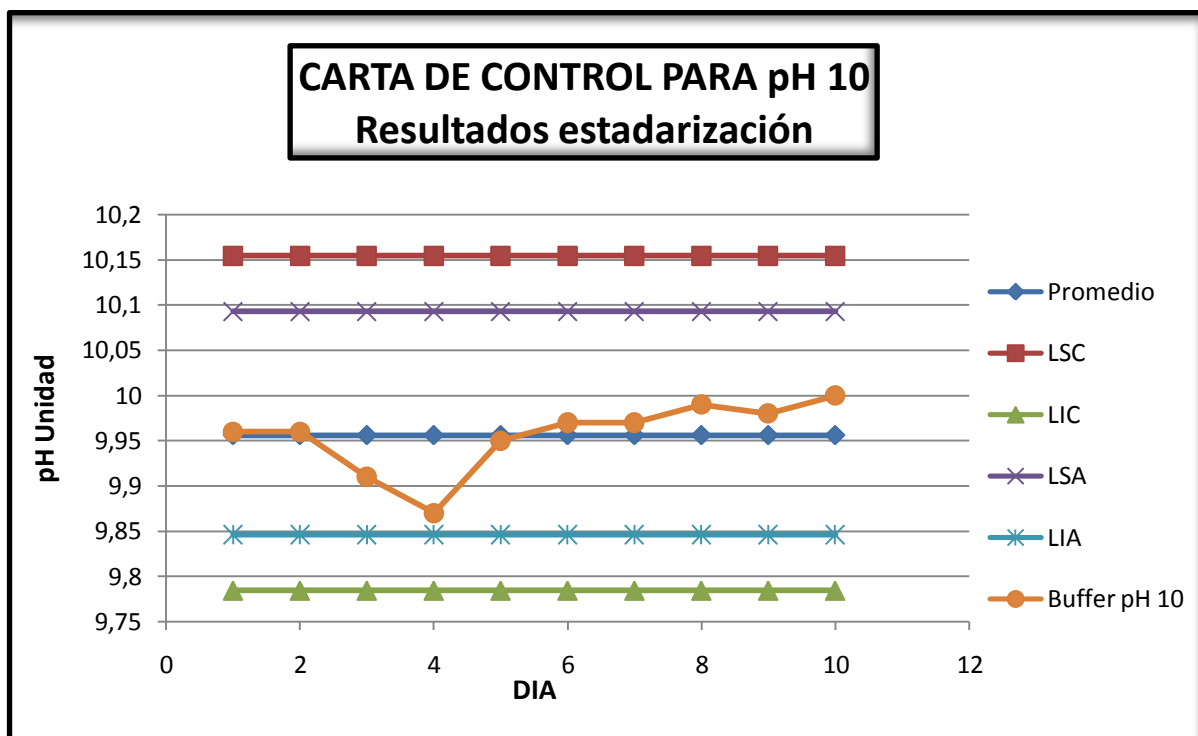
No de mediciones	pH 10
1	9,92
2	9,93
3	9,93
4	10
5	9,91
6	9,89
7	10,01
8	9,94
9	9,91
10	9,92
11	9,96
12	10
13	9,98
14	9,99
15	9,97
16	10,15
17	10,04
18	9,91
19	10,03
20	10
Media	9,97
Desviación estándar	0,062
Varianza de la muestra	0,004
CV	0,618



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
 LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
 INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

Grafica4. Carta de control pH 10

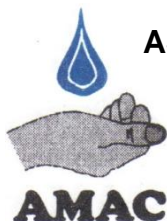


LSC: Limite superior de control = media + 3S = 10.1543

LIC: Limite inferior de control= media – 3S = 9.7847

LSA: Limite superior de advertencia = media + 2S = 10.0927

LIA: Limite inferior de advertencia = media - 2S = 9.48463



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.18 PROCEDIMIENTO DE ESTANDARIZACIÓN

7.18.1 Pate experimental

La parte experimental consiste en la corrida de las muestras y el registro de los resultados. En total se toman 10 ensayos con muestras por triplicado en días diferentes con una diferencia de 1 día.

Cada muestra se analiza en forma paralela y a la misma hora aproximadamente y con todo el material lavado apropiadamente.

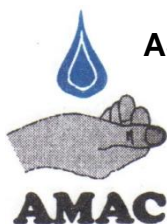
De acuerdo con la metodología descrita se obtuvo los siguientes resultados.

7.18.2 Resultados.

Tabla 13. Datos obtenidos para el análisis de pH

Muestras de agua de la llave

Medición	Control buffer pH 10	pH			Media
1	9.96	6,76	6,74	6,76	6,75
2	9.96	6,84	6,83	6,83	6,83
3	9.91	6,77	6,77	6,77	6,77
4	9.87	6,98	6,98	6,99	6,98
5	9.95	6,88	6,87	6,88	6,88
6	9.97	6,91	6,93	6,94	6,93
7	9.97	7,13	7,13	7,14	7,13
8	9.99	6,82	6,86	6,87	6,85
9	9.98	7,06	7,06	7,05	7,06
10	10	7,32	7,29	7,29	7,30



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

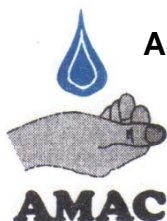
7.19 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS DATOS

7.19.1 PRECISIÓN

De acuerdo con la metodología descrita se obtuvo los siguientes resultados.

Tabla 14. Análisis estadístico agua de la llave

Medición	Media X	Desviación estándar (S)	Coficiente de variación Cv	Desviación estándar de la media (Sm)	Varianza de la muestra S ²	Desviación estándar relativa RSD
1	6,75	0,0115	0,1710	0,0038	0,0001	0,0017
2	6,83	0,0058	0,0845	0,0019	0,0000	0,0008
3	6,77	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
4	6,98	0,0058	0,0827	0,0019	0,0000	0,0008
5	6,88	0,0058	0,0840	0,0019	0,0000	0,0008
6	6,93	0,0153	0,2205	0,0051	0,0002	0,0022
7	7,13	0,0058	0,0809	0,0019	0,0000	0,0008
8	6,85	0,0265	0,3862	0,0088	0,0007	0,0039
9	7,06	0,0058	0,0818	0,0019	0,0000	0,0008
10	7,30	0,0173	0,2373	0,0058	0,0003	0,0024



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

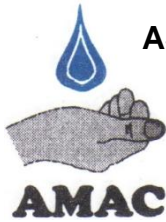
MÉTODO ELECTROMETRICO

A la par con el análisis de muestras, se realizaron también lecturas del buffer de pH 10.0 durante un periodo de 10 días con el fin de graficarlo en la respectiva carta de control. Se procedió a realizar la metodología correspondiente para el análisis y se calcularon también los parámetros de calidad de precisión y exactitud.

En la siguiente tabla se muestran los datos.

Tabla 15. Análisis estadístico Buffer pH 10

Medición	pH10
1	9,96
2	9,96
3	9,91
4	9,87
5	9,95
6	9,97
7	9,97
8	9,99
9	9,98
10	10
Promedio	9,96
Desviación estándar	0,0389
Coficiente de variación	0,3910
Desviación estándar de la media	0,0130
Varianza	0,0015
Desviación estándar relativa	0,0039



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH**

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.19.2 EXACTITUD

Tabla 16. Exactitud buffer pH 10

Limite de confianza LC del 95%	% Error	Exactitud %	X exp	X real
9.96 ± 0.024	0.44	99.56	9.956	10

$$\text{Inexactitud} = \% \text{ Error} = x = \frac{X_p - X_t}{X_t} \times 100$$

$$\text{Exactitud} = 100 - \text{Inexactitud}$$

X p = Valor promedio obtenido

X real = Valor teórico

Se calculó el límite de confianza utilizando la desviación estándar de las lecturas obtenidas del buffer pH 10. Calculándose para un nivel de confianza del 95%, el valor de z se encuentra en la tabla 31, para determinados niveles de confianza utilizando la siguiente ecuación:

$$Lc = \bar{X} \pm \frac{Z\sigma}{\sqrt{N}}$$

Para un nivel de confianza del 95%, z = 1,96

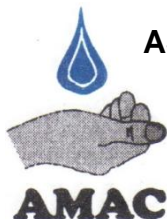
$$\sigma = 0,03893 \quad \bar{x} = 9.96$$

$$LC \ 95\% = 9,96 \pm \frac{1,96 \times 0,03893}{\sqrt{10}}$$

$$LC \ 95\% = 9,96 \pm 0,024$$

De esta manera se concluye que hay un 95% de probabilidad de que

$\bar{x} = 9.96$ se encuentre entre 9,984 y 9,936.



LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE pH

MÉTODO ELECTROMETRICO

7.20 INTERPRETACION DE RESULTADOS

No se rechazan las condiciones bajo las cuales se tomaron las medidas respecto al pH metro sean las adecuadas, se encuentra que el pH metro cumple con el aseguramiento metrológico y que la técnica es precisa.

El parámetro estadístico precisión, definido en términos del coeficiente de variación para las muestras analizadas y el estándar de pH se encuentran en un rango entre 0 y 0.39, esto indica que la precisión del método es muy buena, con una baja presencia de errores aleatorios.

Respecto al parámetro estadístico de exactitud, definido en términos de % de error relativo, para el estándar de pH, este porcentaje de error relativo es menor del 5%, indicando que la exactitud es muy buena. Considerando óptimo para la medición de métodos analíticos

**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC**



**8. INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.1 OBJETIVOS

- Implementar el método nefelométrico para el análisis de turbidez en aguas tratadas para consumo humano; por medio de la estandarización y verificación del mismo.
- Determinar los parámetros analíticos que se deben considerar en el desarrollo de la técnica de turbidez, por el método nefelométrico.
- Determinar de manera experimental y para las condiciones del laboratorio de la AMAC los valores de los parámetros que servirán como criterios de confianza para la determinación de pH por el método nefelométrico. Estos parámetros son: precisión, exactitud, sensibilidad, límite de detección y porcentaje de recuperación.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.2 FUNDAMENTO DEL METODO

Cuando la luz interactúa con una suspensión de partículas en solución acuosa, varios fenómenos pueden ocurrir. La luz puede interactuar con los electrones de una partícula y ser dispersados en varias direcciones con la misma longitud de onda.

La absorción y dispersión también puede ocurrir con especies disueltas. El tipo de interacciones depende del tamaño y forma de las partículas y de la longitud de onda de luz incidente.

La turbiedad se define como la propiedad óptica de una suspensión la cual hace que la luz se disperse y absorba en lugar de transmitirse en línea recta, a través de la muestra.

Prácticamente todas las muestras de agua tienen una cantidad medible de turbiedad. EL agua de lluvia generalmente contiene algo de turbiedad a consecuencia del polvo y los contaminantes atmosféricos que arrastra.

Las principales fuentes de contaminación originadas por el hombre que incrementa la turbiedad en los cuerpos de agua son: los cienos de las granjas, los residuos de construcciones, la operación de minas, los polvos provenientes de caminos sin asfaltar, los desechos humanos y los efluentes de las plantas de tratamiento.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.3 ALCANCE DEL MÉTODO

Este método es aplicable a la determinación de turbiedad en aguas para consumo humano únicamente

8.4 INTERFERENCIA DEL METODO

La turbidez puede determinarse en cualquier muestra de agua libre de residuos y privada de sedimentos gruesos. La suciedad del vidrio, la presencia de burbujas de aire y los efectos de las vibraciones que alteran la visibilidad superficial de la muestra, conducirán a resultados falsos. El << color verdadero >>, es decir, el color del agua debido a sustancias disueltas que absorben luz, origina que la turbidez sea más baja. Este efecto, por lo general, no resulta significativo en las aguas tratadas.

8.5 VALORES DE REFERENCIA

Según la resolución 2115 de 22 de junio de 2007, el valor máximo admisible para Turbiedad en aguas potables es de 2 UNT



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.6 MUESTREO Y PRESERVACIÓN

- La muestra debe de ser colectada en frascos de vidrio o polietileno de boca ancha, cierre hermético y tapa inerte.
- La muestra no debe ser preservada.
- Las muestras deben de mantenerse en refrigeración durante el transporte al laboratorio.
- La turbidez debe ser analizada el mismo día en que se toma la muestra., Si es inevitable una conservación más prolongada, se debe almacenar la muestra en ambiente oscuro hasta 24 horas, refrigerada a 4°C. No almacenar largos periodos por la posible aparición de cambios irreversibles en la turbidez. Agitar vigorosamente todas las muestras antes de su análisis.

8.7 MATERIALES Y EQUIPOS

- Turbidímetro con una fuente de luz para iluminar la muestra y detectores fotoeléctricos con mecanismo de lectura para indicar la intensidad de la luz dispersada a 90° del camino de luz incidente. Actualmente en el laboratorio se cuenta con el equipo turbidímetro marca HF Scientific catálogo 20000, el cual mide turbidez en el rango comprendido entre 0,01 y 1100 NTU.
- Tubos de muestra de cristal incoloro, transparente
- Recipientes para muestreo.
- Matraces de aforo de 100 ml
- Pipeta volumétricas de 1ml
- Paño suave o papel absorbente



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.8 REACTIVOS

Todos los reactivos utilizados en este procedimiento deben ser grado analítico a menos que se especifique otra cosa.

- Aguas libre de turbidez: Es difícil obtener. Para medir una turbidez alrededor de 0.02 UNT es adecuado el siguiente método.
Pásese agua destilada a través de un filtro con orificios de precisión de 0.02 μ ; no resultan adecuados los filtros bacteriológicos corrientes. Enjuáguese el matríz de recogida al menos 2 veces con agua filtrada y deséchense los 200ml siguientes.
Algunas botellas de agua desmineralizada de uso comercial están casi libres de partículas. Pueden usarse cuando su turbidez sea mas baja que la obtenida en el laboratorio. Dilúyanse las muestras con agua destilada hasta una turbidez no menor de 1.
- Suspensiónesde formacina de (1000, 10 y 0,02) NTU

Nota: Los patrones de formacina (10 y 0.02) NTU se prepararon el laboratorio a partir de la suspensión madre de formacina de 1000 NTU



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.9 PROCEDIMIENTO

Calibrado del turbidímetro

Seguir las instrucciones del manual del medidor de turbidez Hf scientific, inc.20000.

Medida de turbideces menores de 40NTU

Previo a la medida agitar cuidadosamente la muestra. Esperar hasta que desaparezcan las burbujas de aire, y verter la muestra en el tubo del turbidímetro.

En la medida de lo posible, verter la muestra agitada en el tubo del turbidímetro y sumergir en baño ultrasónico por 1-2 segundos.

Limpie con un paño suave o papel absorbente la superficie de la cubeta.

Leer directamente la turbidez en la escala del aparato o en la curva del calibrado adecuada.

Medida de turbideces superiores a 40NTU

Diluir la muestra con uno o más volúmenes de agua libre de turbidez hasta que esta descienda a 30-40 NTU. Calcúlese la turbidez de la muestra original en función de la que tiene la muestra y del factor de dilución. Por ejemplo, si cinco volúmenes de agua libre de turbidez se añaden a un volumen de muestra y la muestra diluida mostró una turbidez de 30NTU, la turbidez de la muestra original era de 180 NTU

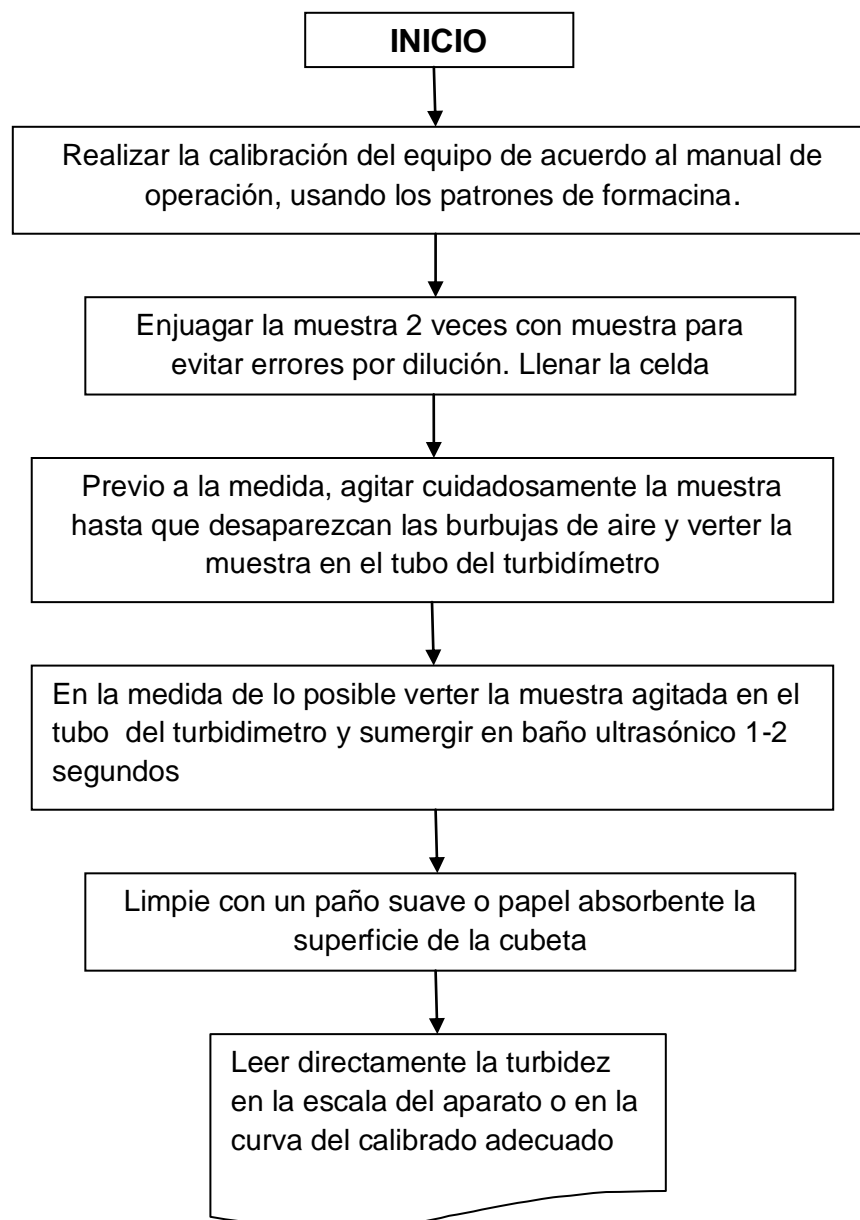
Se debe calibrar el equipo con cierta periodicidad. Las soluciones de formacina sólo se deben conservar por un mes.



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

**8.9.1 DIAGRAMA DE FLUJO PARA LA DETERMINACIÓN DE
TURBIDEZ EN MUESTRAS DE AGUA**





**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.10 CONTROL DE CALIDAD

Con cada lote de muestras debe determinarse a la par estándares primarios o secundarios de turbiedad para el control analítico de los resultados. Se sugiere que este proceso de control de calidad se realice a la par con la determinación analítica, pues su evaluación posterior o previa a los análisis de las muestras puede ocasionar la invalidez de los resultados obtenidos para las muestras. Los resultados de estas pruebas deben ser consignados en el registro de análisis de muestras y en las cartas de control correspondientes.

8.11 CALCULOS

Reporte las lecturas de turbiedad como sigue:

Tabla17. Interpretación de resultados

Rango de Turbiedad (NTU)	Aproximar a (NTU)
0 – 1.0	0.05
1 – 10	0.1
10 – 40	1
40 – 100	5
100 – 400	10
400 – 1000	50
>1000	100



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Cuando se haya realizado una dilución, aplique la siguiente relación a partir del dato suministrado por el nefelómetro:

$$\text{Turbiedad (NTU)} = \frac{Ax (B + C)}{C}$$

Donde:

NTU: Unidades de turbiedad nefelométrica

A: lectura del equipo para la muestra diluida en NTU

B: Volumen de agua de dilución utilizada (mL)

C: Volumen de la muestra real analizada (mL)

8.12 METODOLOGÍA

Se siguió el procedimiento descrito en el protocolo para análisis, para el método de Turbidez el cual está basado en el ESTÁNDAR METHODOS, Ed. 21, año 2005

8.13 CALIBRACIÓN INSTRUMENTAL

En cada caso se deben seguir las instrucciones del fabricante para el manejo del turbidímetro



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACIÓN
DE TURBIDEZ

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.14 PROCEDIMIENTO CONSTRUCCIÓN DE CURVA DE
CALIBRACIÓN

Patrones para la curva de calibración: Se tomaron los mililitros de solución estándar de formacina de 1000NTU, necesarios para preparar la serie de patrones para la curva de calibración con la siguiente fórmula:

$$Vm = \frac{Tp}{Tm} \cdot Vp$$

Donde:

Vp: Volumen deseado de suspensión patrón ml.

Tp: Turbiedad deseada para la solución patrón NTU.

Tm: Turbiedad de la suspensión madre.NTU

Vm: Volumen de la suspensión madre, ml. Que debe tomarse para diluir hasta el volumen Vp (ml)

Preparación de la curva de calibración: Se preparó la curva de calibración con una serie de 8 patrones de 100mL en matraz aforado en un intervalo de (0 a 50) NTU



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.15 GRAFICAS CURVA DE CALIBRACION TURBIDEZ

La grafica de turbidez concentración teórica contra concentración real. Se realizó el grafico con los patrones entre el rango de (0.5 a 50) UNT. Realizando el ajuste por mínimos cuadrados y obteniendo la ecuación de la recta.

Tabla 18. Datos obtenidos para la curva de calibración de turbidez

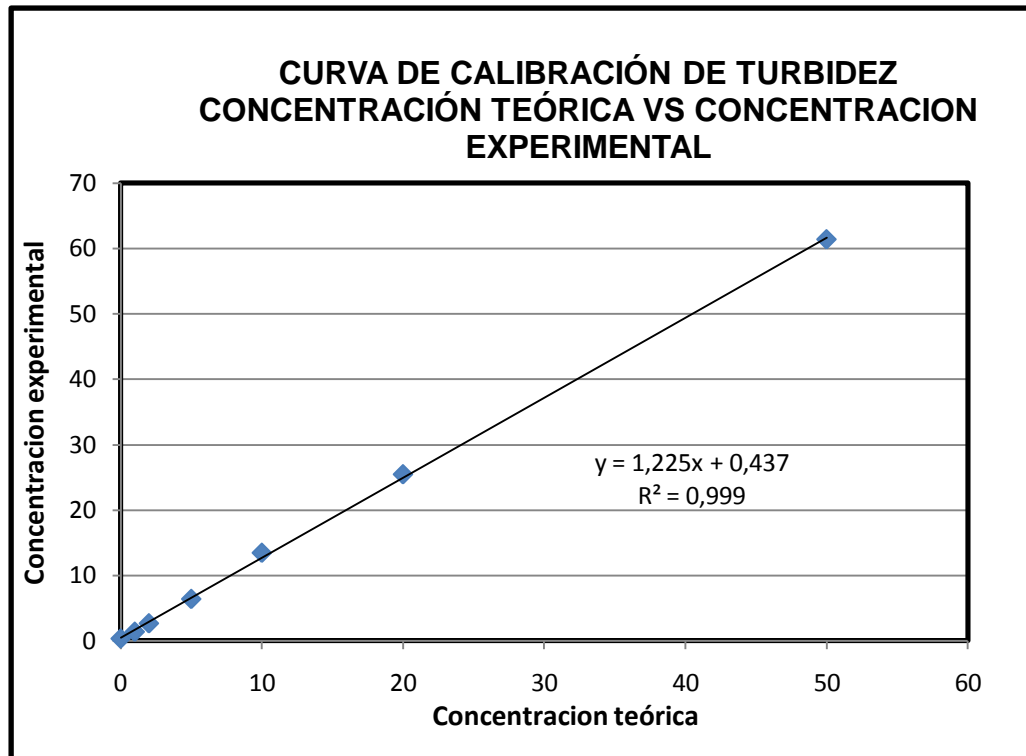
Concentración teórica	concentración experimental
0	0,3
1	1,34
2	2,63
5	6,36
10	13,42
20	25,43
50	61,38



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Grafica 5. Curva de calibración de turbidez

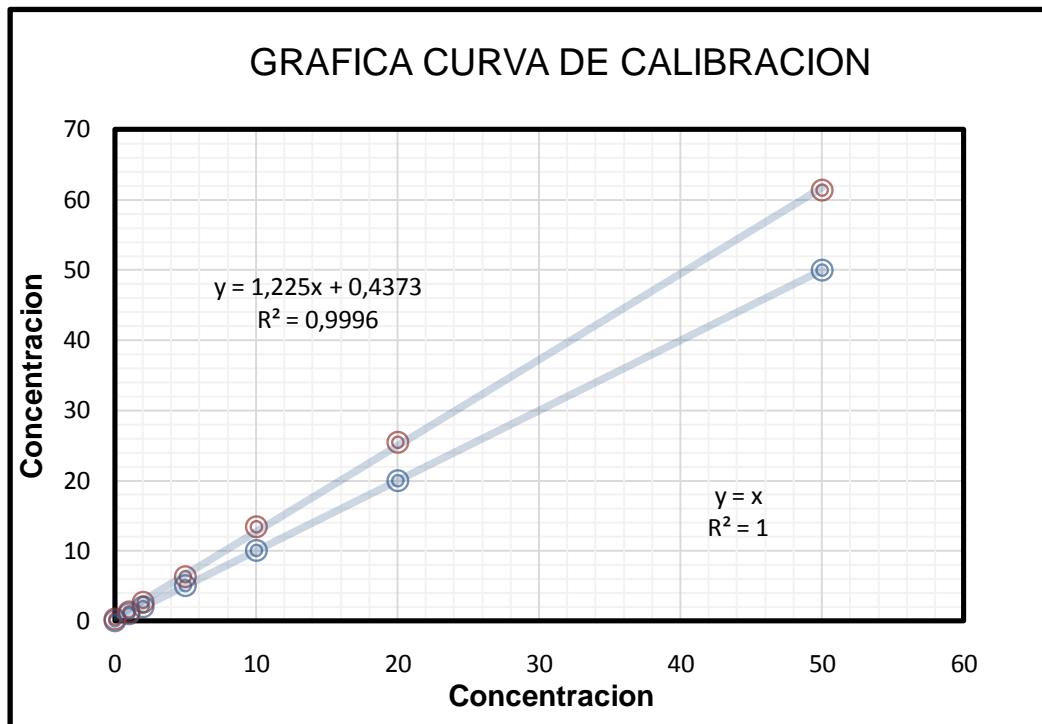




ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Gráfica 6: Comparación entre la concentración teórica vs concentración experimental





**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.16 PARTE EXPERIMENTAL PROCESO DE ESTANDARIZACION

La parte experimental consiste en la corrida de las muestras y el registro de los resultados. En total se toman 10 ensayos con muestras por triplicado en días diferentes con una diferencia de 1 día.

Cada muestra se analiza en forma paralela y a la misma hora aproximadamente y con todo el material lavado apropiadamente

Tabla 19. Datos obtenidos para el análisis de Turbidez

Muestras de agua de la llave

Medición	Turbidez			Media
1	1.23	1.17	1.23	1.21
2	1.15	1.21	1.12	1.16
3	1.17	1.27	1.23	1.22
4	1.17	1.26	1.28	1.24
5	1.48	1.31	1.31	1.37
6	1.04	1.05	1.03	1.04
7	2.60	1.59	1.66	1.95
8	1.29	1.37	1.49	1.38
9	1.19	1.21	1.39	1.26
10	1.46	1.33	1.22	1.34



ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION
DE TURBIDEZ

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

8.17 ANALISIS ESTADISTICO DE LOS DATOS

8.17.1 PRECISIÓN

De acuerdo con la metodología descrita se obtuvo los siguientes resultados

Tabla 20. Análisis estadístico de los datos

Medición	Media X	Desviación estándar (S)	Coficiente de variación Cv	Varianza de la muestra S ²
1	1.21	0,035	2,863	0,001
2	1.16	0,046	3,950	0,002
3	1.22	0,050	4,114	0,003
4	1.24	0,059	4,738	0,003
5	1.37	0,098	7,182	0,010
6	1.04	0,010	0,962	0,000
7	1.95	0,564	28,923	0,318
8	1.38	0,101	7,277	0,010
9	1.26	0,110	8,719	0,012
10	1.34	0,098	7,321	0,014



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Con el fin de corroborar que el equipo no cumple con las especificaciones requeridas para el proceso de estandarización, se hizo necesario realizar comparaciones del turbidímetro hfscientific de la AMAC y el turbidímetro Hach de laboratorio de aguas de la UTP, Los resultados obtenidos son los siguientes:

Tabla 21. Comparaciones entre el turbidímetro hfscientific de la AMAC y el turbidímetro Hach de laboratorio de aguas de la UTP.

	Lectura indicada	TURBIDIMETRO HACH UTP	TURBIDIMETRO Hf scientific AMAC
Estándares primarios de formacina	0.1NTU	0,10	0,07
	20NTU	20,00	24,56
	200NTU	200,33	225.87
	1000NTU	1000,33	>1000
Muestras reales	1	1.41	0,34
	2	11,57	20,95
	3	0,12	0,13
	4	0,68	0,81
	5	0,84	1,08
	6	1,76	1,97
	7	0,36	0,61
	8	0,36	0,64
	9	0,27	0,35
	10	143,67	237,70



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Tabla 22. TURBIDIMETRO HACH - UTP

Medición	Turbidez			Media	Desviación estándar	Varianza	Coeficiente de variación
0.1NTU	0.10	0.10	0.10	0,10	0,000	0,000	0,000
20NTU	20	20.1	19.9	20	0,100	0,010	0,500
200NTU	200	201	200	200,33	0,577	0,333	0,288
1000NTU	1001	998	1002	1000,33	2,082	4,333	0,208
1	1.41	1.39	1.43	1,41	0,020	0,000	1,418
2	11.6	11.4	11.7	11,57	0,153	0,023	1,321
3	0.138	0.103	0.112	0,18	0,018	0,000	15,446
4	0.696	0.679	0.666	0,68	0,015	0,000	2,211
5	0.843	0.848	0.842	0,84	0,003	0,000	0,381
6	1.82	1.66	1.79	1,76	0,085	0,007	4,841
7	0.342	0.3573	0.373	0,36	0,016	0,000	4,337
8	0.338	0.365	0.372	0,36	0,018	0,000	5,010
9	0.272	0.270	0.254	0,26	0,010	0,000	3,718
10	145	143	143	143,67	1,155	1,333	0,804



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

Tabla 23. TURBIDIMETRO Hf Scientific - AMAC

Medición	Turbidez			Media	Desviación estándar	Varianza	Coeficiente de variación
0.1NTU	0.07	0.06	0.08	0,070	0,010	0,000	14,286
20NTU	24.56	24.42	24.70	24,56	0,140	0,020	0,570
200NTU	226.4	224.6	226.6	225,87	1,102	1,213	0,488
1000NTU	>1100	>1100	>1100	>1100	>1100	>1100	>1100
1	0.17	0.53	0.32	0,34	0,181	0,033	53,186
2	20.61	20.59	21.65	20,95	0,606	0,368	2,894
3	0.21	0.08	0.09	0,13	0,072	0,005	57,112
4	0.79	0.75	0.88	0,80	0,067	0,004	8,254
5	1.05	1.00	1.18	1,08	0,093	0,009	8,630
6	1.84	2.03	2.03	1,97	0,110	0,012	5,578
7	0.60	0.62	0.60	0,61	0,012	0,000	1,903
8	0.71	0.61	0.60	0,64	0,061	0,004	9,504
9	0.34	0.37	0.33	0,35	0,021	0,000	6,005
10	237.3	234.7	241.1	237,70	3,219	10,360	1,354



**ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS
LABORATORIO DE AGUAS – AMAC
INFORME DE ESTANDARIZACION DE TURBIDEZ**

MÉTODO NEFELOMÉTRICO

**8.18 INCONVENIENTES PRESENTADOS EN EL PROCESO DE
ESTADARIZACION DE TURBIDEZ**

El proceso de estandarización de turbidez no fue satisfactorio, ya que el equipo presentaba inconsistencias en el momento de realizar las mediciones, presentándose un porcentaje de error muy elevado en cada una de las determinaciones. Esto se puede corroborar en la curva de calibración, en la cual se observa una gran diferencia entre los resultados obtenidos y los esperados, generándose así un alto porcentaje de error.

De igual forma, no se contaba con las 3 soluciones patrón de formacina para la calibración del equipo, por lo que se hizo necesario hacer las respectivas diluciones de un estándar de 1000NTU para preparar la solución de 10NTU y de este último se preparó la de 0.02NTU. Las muestras para la preparación de la curva de calibración en el rango de (0 a 50) NTU fueron también preparadas con el estándar de 1000NTU.

El agua desionizada para la preparación de estos patrones no era libre de turbidez, con lo cual no se garantiza una correcta dilución de cada de los patrones para la realización de las curvas de calibración.

8.19 SEGUIMIENTO DE ESTANDARIZACIÓN PH Y ALCALINIDAD

El control de calidad del agua potable de cada uno de acueductos afiliados a la AMAC en el municipio de Dosquebradas es realizado una vez al mes de acuerdo al siguiente procedimiento:

La muestra de agua es tomada por el fontanero de cada acueducto en la bocatoma, el tanque de almacenamiento y en la red, y es llevada al laboratorio de calidad Ovidio de Jesús Montoya y entregada al tecnólogo químico encargado de realizar los respectivos análisis fisicoquímicos y microbiológicos. Los resultados son entregados al presidente de la junta directiva de la AMAC, quien luego de revisarlos los envía a las juntas directivas de los diferentes acueductos comunitarios, se realiza un reporte y seguimiento al comportamiento de cada uno de los parámetros de calidad de cada uno de los acueductos. Esto permite identificar los sectores críticos en la calidad y tomar medidas correctivas en el manejo y tratamiento del agua potable.

De acuerdo a lo anterior, y con el fin de mirar el comportamiento de cada una de las técnicas estandarizadas se realizó el seguimiento respectivo de pH y alcalinidad durante 6 meses (Abril a septiembre de 2014). Los análisis fueron realizados mes a mes a cada uno de los acueductos afiliados a la AMAC de acuerdo al instructivo de análisis para cada una de las técnicas basados en el *Standar Methods of examination of wáter and wastewater 21^h* edición y elaborados en este proyecto.

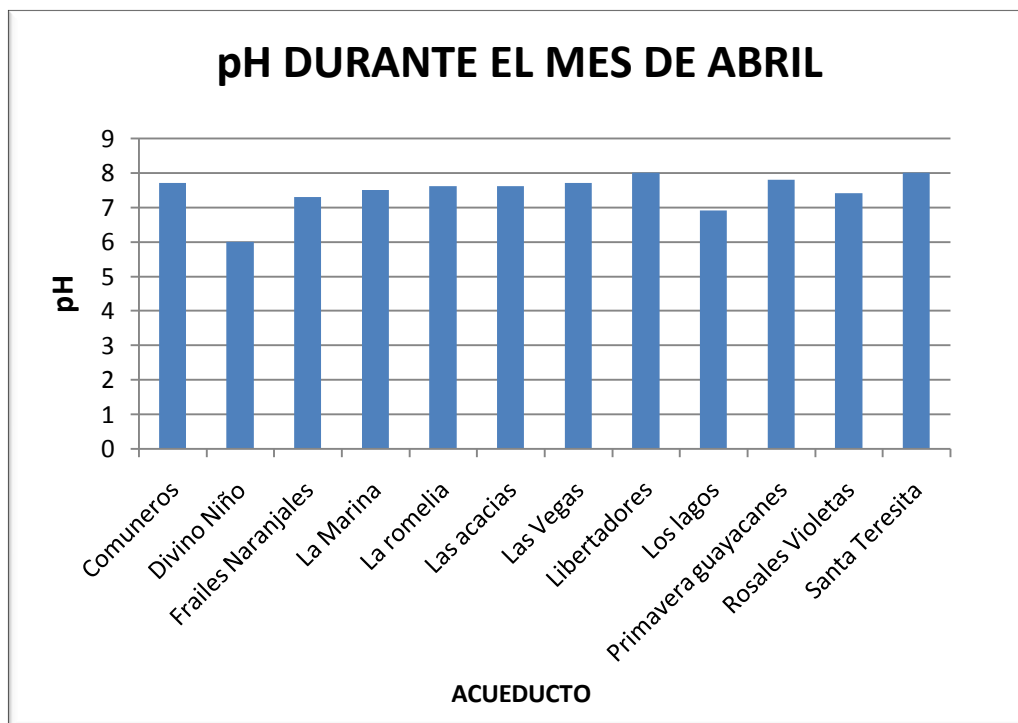
NOTA: El análisis de turbidez no se realizó debido a la poca confiabilidad que arrojó el equipo.

Se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 24. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de abril de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Comuneros	7,7	24
Divino Niño	6	58
Frailles Naranjales	7,3	26
La Mariana	7,5	58
La Romelia	7,6	38
Las acacias	7,6	60
Las Vegas	7,7	66
Libertadores	8	36
Los lagos	6,9	38
Primavera guayacanes	7,8	38
Rosales Violetas	7,4	28
Santa Teresita	8	42

Grafica 7. Resultados de pH durante el mes de abril



Grafica 8. Resultados de Alcalinidad durante el mes de abril

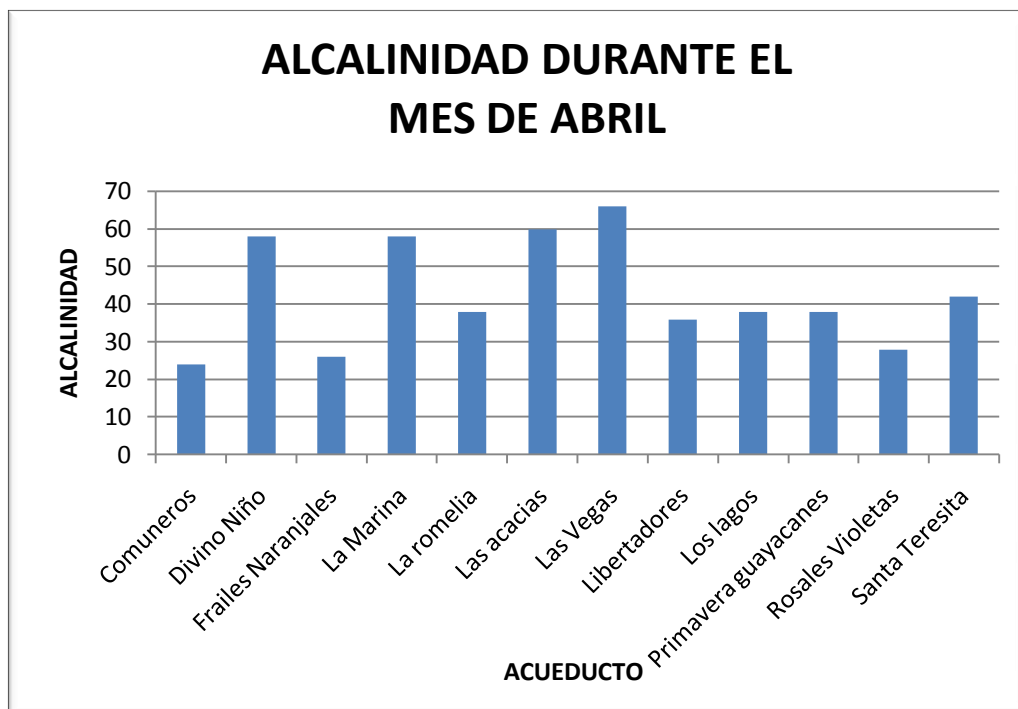
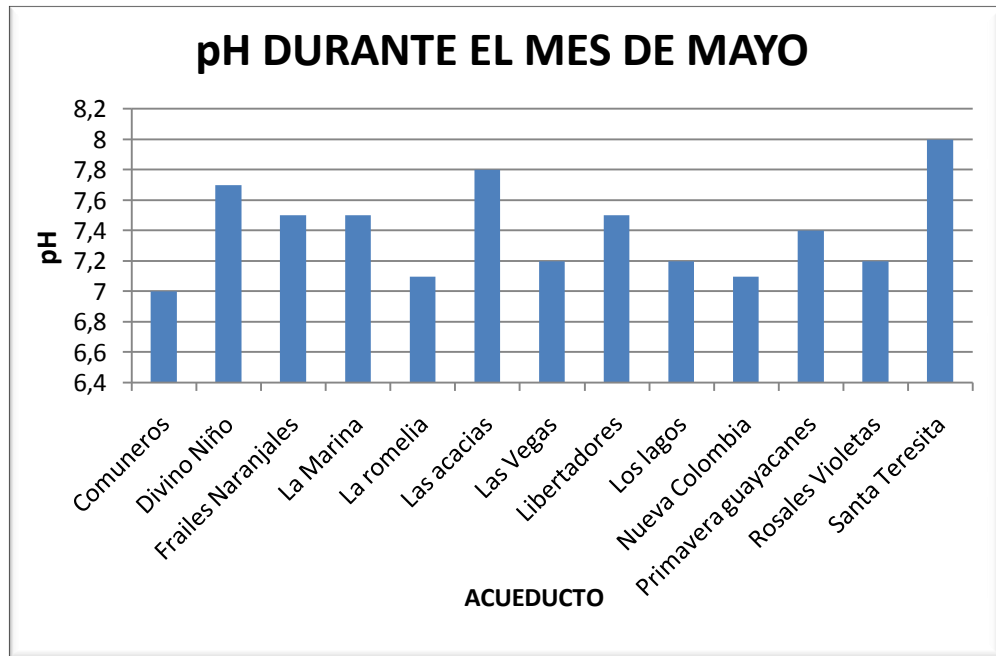


Tabla 25. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de mayo de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Comuneros	7	30
Divino Niño	7,7	60,05
Frailes Naranjales	7,5	38,03
La Marina	7,5	58,05
La romelia	7,1	50,04
Las acacias	7,8	70
Las Vegas	7,2	48,04
Libertadores	7,5	60
Los lagos	7,2	46
Nueva Colombia	7,1	74,06
Primavera guayacanes	7,4	62,06
Rosales Violetas	7,2	40
Santa Teresita	8	62

Grafica 9. Resultados de pH durante el mes de mayo



Grafica 10. Resultados de Alcalinidad durante el mes de mayo

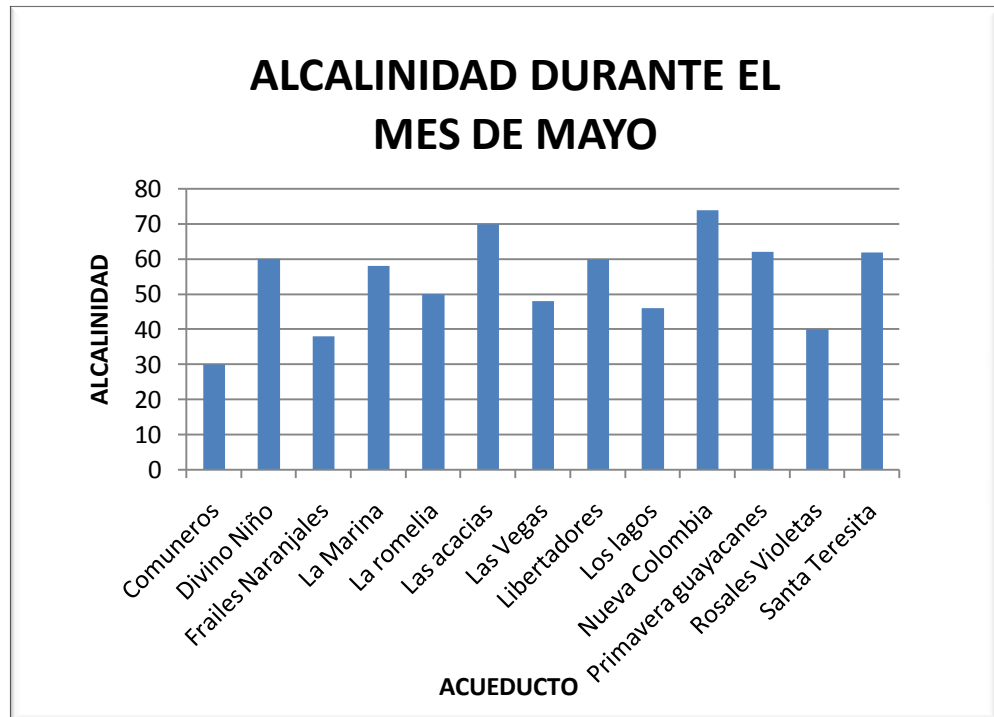
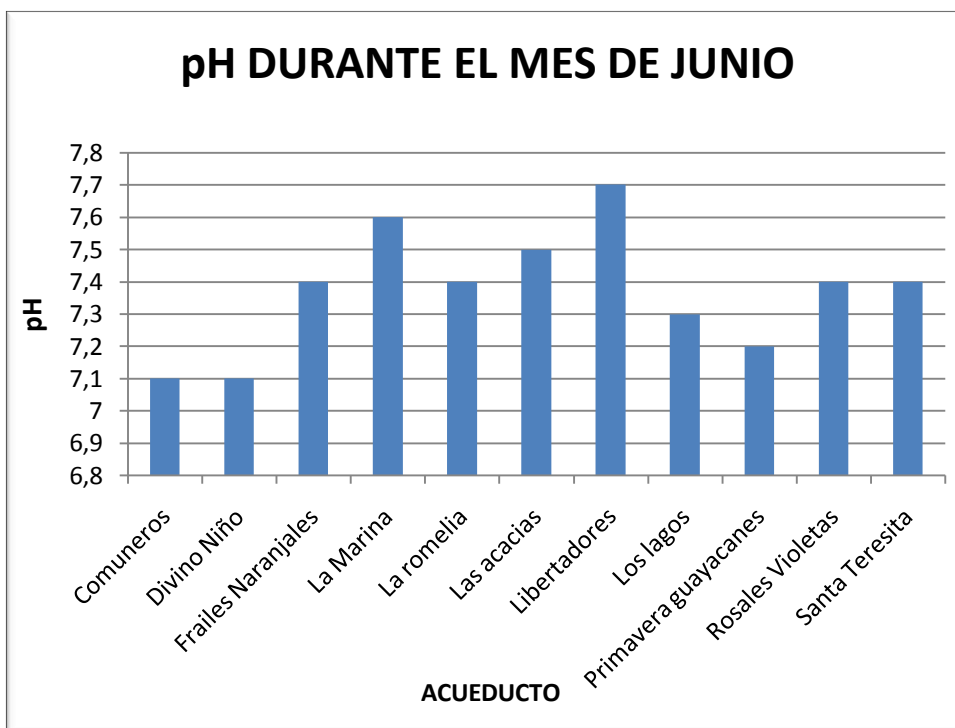


Tabla 26. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de Junio de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Comuneros	7,1	32
Divino Niño	7,1	66
Frailes Naranjales	7,4	32
La Marina	7,6	56
La romelia	7,4	46
Las acacias	7,5	70
Libertadores	7,7	58
Los lagos	7,3	44
Primavera guayacanes	7,2	58
Rosales Violetas	7,4	30
Santa Teresita	7,4	56

Grafica 11. Resultados de pH durante el mes de junio



Grafica 12. Resultados de alcalinidad durante el mes de junio

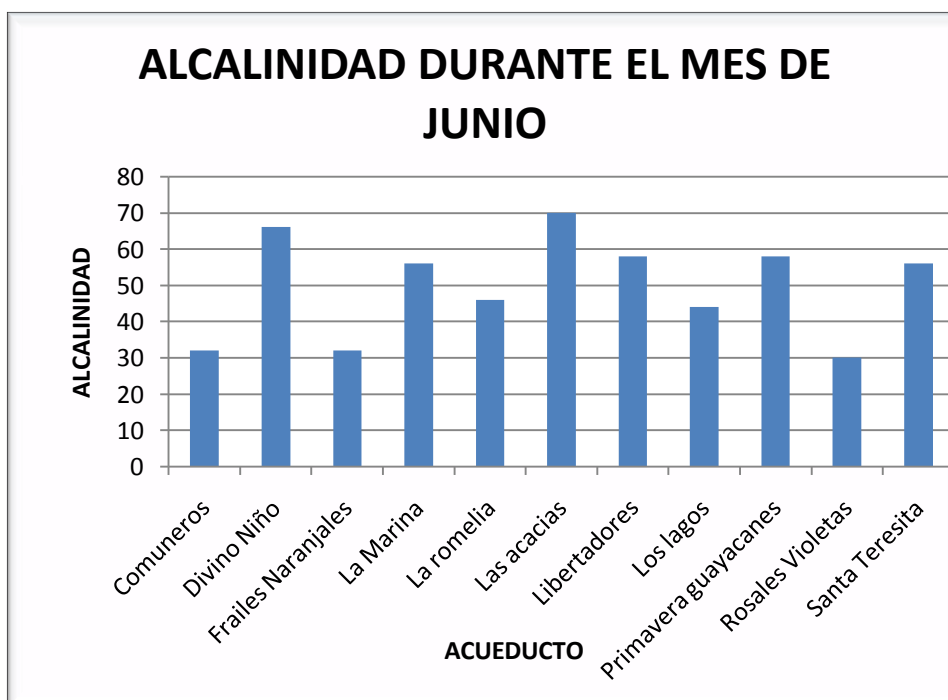
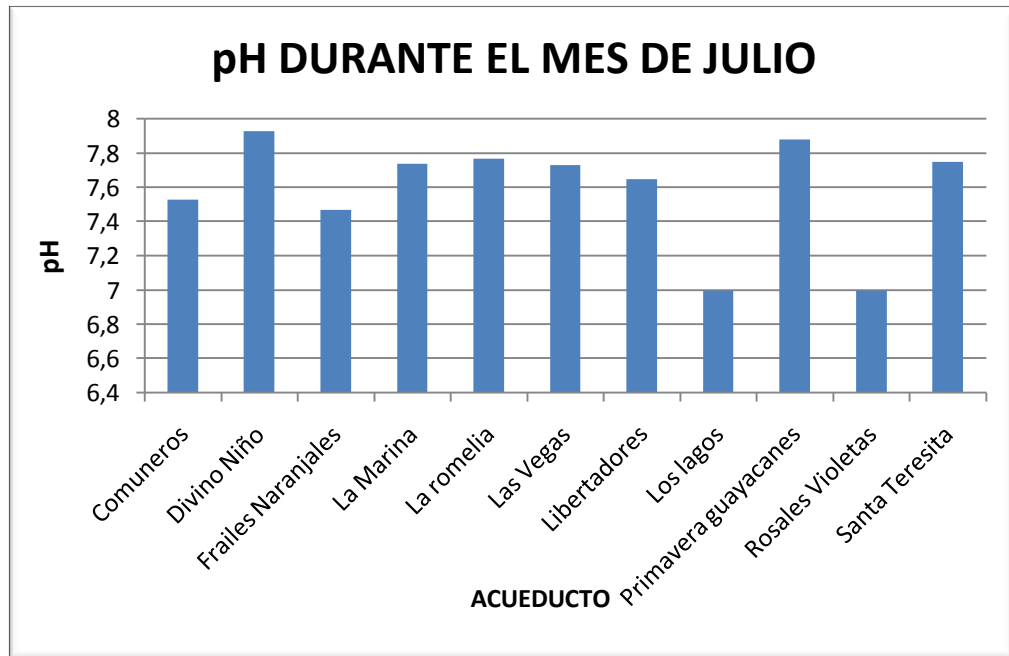


Tabla 27. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de Julio de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Comuneros	7,53	24
Divino Niño	7,93	50
Frailes Naranjales	7,47	26
La Marina	7,74	46
La romelia	7,77	36
Las Vegas	7,73	50
Libertadores	7,65	46
Los lagos	7	34
Primavera guayacanes	7,88	52
Rosales Violetas	7	32
Santa Teresita	7,75	50

Grafica 13. Resultados de pH durante el mes de julio



Grafica 14. Resultados de alcalinidad durante el mes de julio

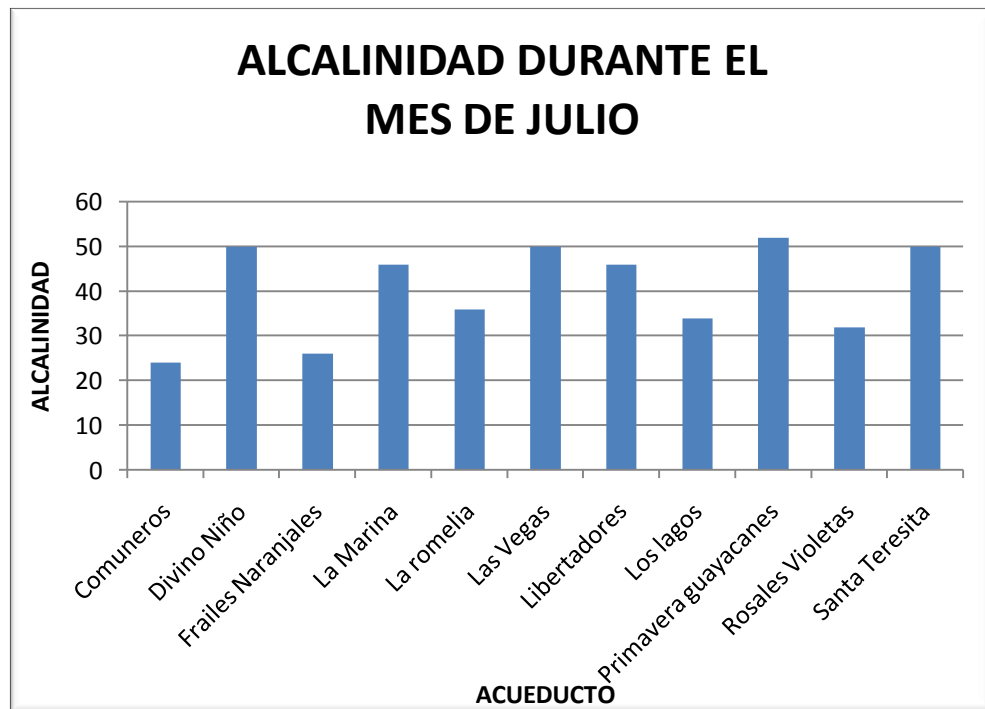
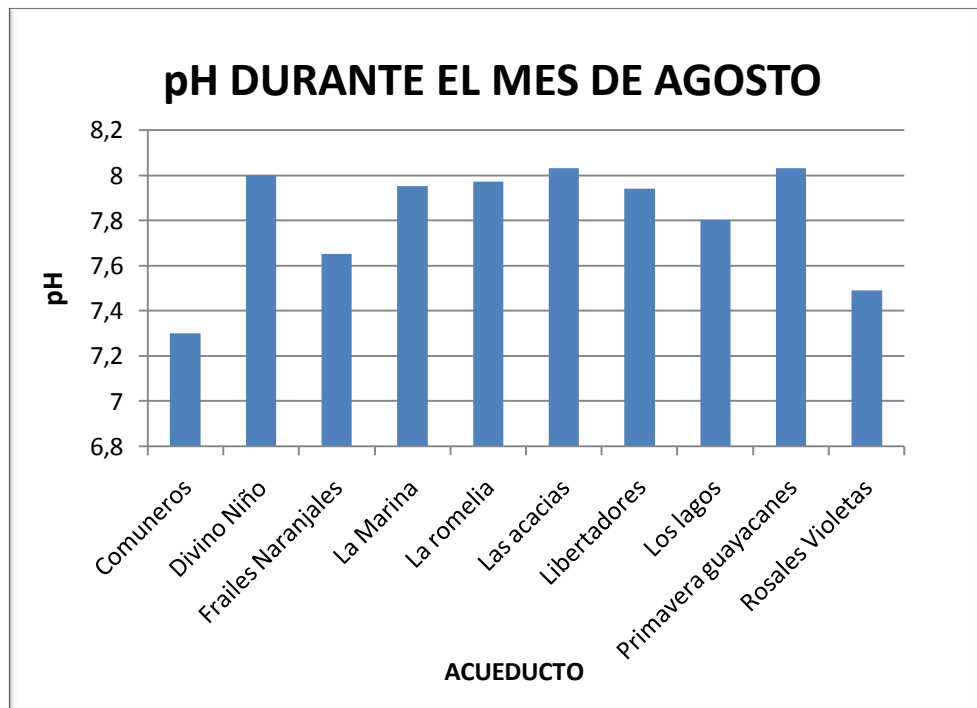


Tabla 28. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de Agosto de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Comuneros	7,3	26
Divino Niño	8	56
Frailes Naranjales	7,65	28
La Marina	7,95	58
La romelia	7,97	44
Las acacias	8,03	58
Libertadores	7,94	58
Los lagos	7,8	44
Primavera guayacanes	8,03	60
Rosales Violetas	7,49	40
Santa Teresita	8,04	58

Grafica 15. Resultados de pH durante el mes de Agosto



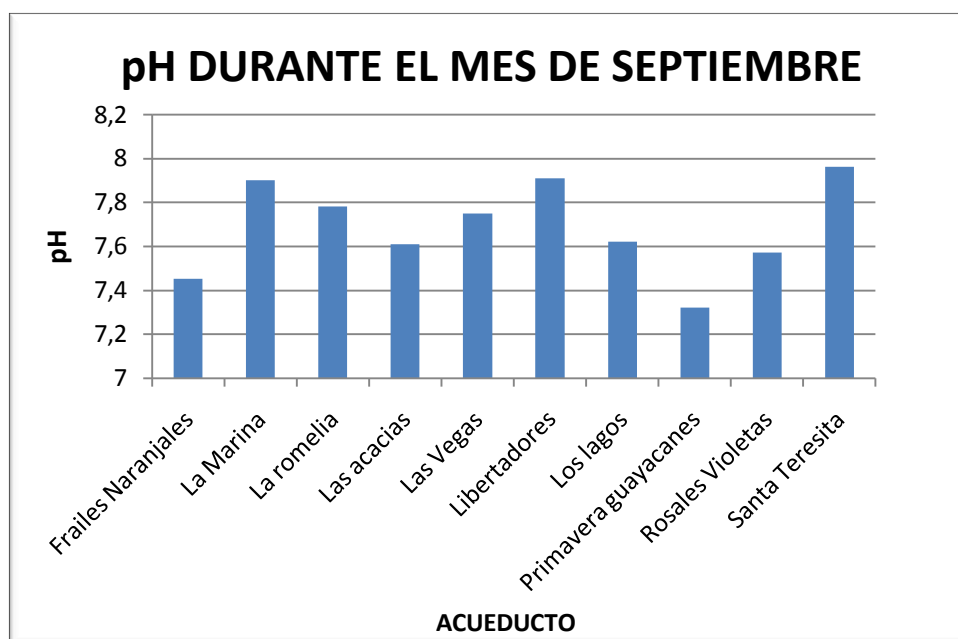
Grafica 16. Resultados de alcalinidad durante el mes de Agosto



Tabla 29. Resultados de pH y alcalinidad total durante el mes de Septiembre de 2014

ACUEDUCTO	PH	ALCALINIDAD
Frailes Naranjales	7,45	28
La Marina	7,9	58
La romelia	7,78	50
Las acacias	7,61	60
Las Vegas	7,75	56
Libertadores	7,91	60
Los lagos	7,62	40
Primavera guayacanes	7,32	66
Rosales Violetas	7,57	36
Santa Teresita	7,96	58

Grafica 17. Resultados de pH durante el mes de Septiembre



Grafica 18. Resultados de alcalinidad durante el mes de Agosto

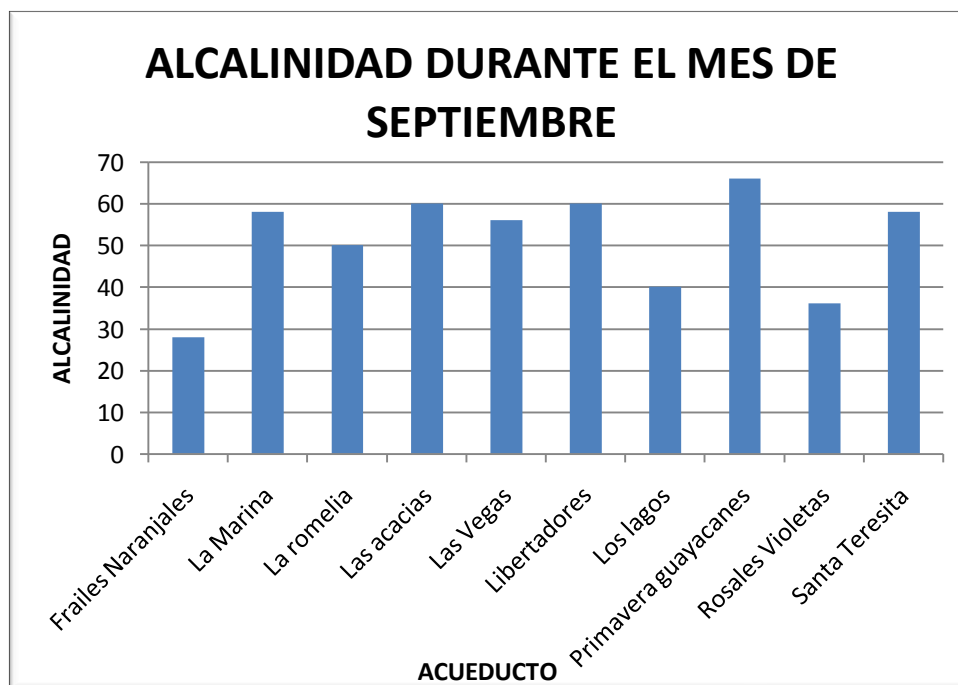


Tabla 30. Cuadro resumen de los resultados de pH obtenidos durante los meses de abril-septiembre de 2014

ACUEDUCTO	pH					
	Abril	Mayo	Junio	Julio	Agosto	Septiembre
Comuneros	7.7	7	7.1	7.53	7.3	-----
Divino Niño	6	7.7	7.1	7.93	8	-----
Frailes Naranjales	7.3	7.5	7.4	7.47	7.05	7.45
La Mariana	7.5	7.5	7.6	7.74	7.95	7.9
La Romelia	7.6	7.1	7.4	7.77	7.97	7.78
Las acacias	7.6	7.8	7.5	-----	8.03	7.61
Las Vegas	7.7	7.2	-----	7.73	-----	7.75
Libertadores	8	7.5	7.7	7.65	7.94	7.91
Los lagos	6.9	7.2	7.3	7	7.8	7.62
Primavera guayacanes	7.8	7.4	7.2	7.88	8.03	7.32
Rosales Violetas	7.4	7.2	7.4	7	7.49	7.57
Santa teresita	8	8.0	7.4	7.75	8.04	7.96

Tabla 31. Cuadro resumen de los resultados de alcalinidad obtenidos durante los meses de abril-septiembre de 2014

ACUEDUCTO	ALCALINIDAD					
	Abril	Mayo	Junio	Julio	Agosto	Septiembre
Comuneros	24	30	32	24	26	-----
Divino Niño	58	60.05	66	50	56	-----
Frailes Naranjales	26	38.03	32	26	28	28
La Mariana	58	58.05	56	46	58	58
La Romelia	38	50.04	46	36	44	50
Las acacias	60	70	70	-----	58	60
Las Vegas	66	48.04	-----	50	-----	56
Libertadores	36	60	58	46	58	60
Los lagos	38	46	44	34	44	40
Primavera guayacanes	28	74.06	58	52	60	66
Rosales Violetas	42	40	30	32	40	36
Santa teresita		62	56	50	58	58

Cabe resaltar, que los análisis de pH y alcalinidad fueron realizados de acuerdo al instructivo de análisis elaborado en este proyecto el cual está basado en el *Standar Methods of examination of wáter and wastewater 21^h* edición.

Los acueductos referenciados anteriormente para el análisis de alcalinidad total y pH, son los acueductos que a la fecha se encontraban realizando sus análisis en la asociación. Los resultados fueron satisfactorios observándose una variación normal de los datos obtenidos, los cuales se encuentran dentro de los rangos permitidos legales según la resolución 2115 de 22 de junio de 2007, que son: para pH de 6.5 a 9.0 unidades, y para alcalinidad 200mg de CaCO₃/L con lo cual se puede afirmar que en cualquier momento estas técnicas están en capacidad de cumplir con dicho requerimiento.

De acuerdo al seguimiento realizado mes a mes a cada acueducto no se observaron cambios anormales en los resultados, todos los análisis se encontraban dentro del rango permitido, cualquier variación en el pH y la alcalinidad durante el año en cuestión, significa cambios en el entorno ambiental del agua o en el tratamiento dado por cada acueducto.

9. CONCLUSIONES

Se estandarizó la técnica para el análisis de pH en aguas crudas y tratadas mediante el método potenciométrico.

Se estandarizó la técnica para el análisis de alcalinidad para aguas crudas y tratadas mediante el método volumétrico utilizando indicadores de color.

Se elaboró y diseñó los registros de los análisis para la captura de datos de los métodos analíticos ya mencionados, los cuales permiten la construcción de cartas de control.

Se elaboró el instructivo de análisis para cada una de las técnicas de pH, alcalinidad y turbidez

La estandarización de los parámetros analíticos pH y alcalinidad permitió verificar que estos análisis cumplen con los requisitos mínimos para el uso específico de la metodología. Por el contrario, el parámetro de turbidez no arrojó resultados satisfactorios, debido a las inconsistencias presentadas por el equipo.

Cada una de las metodologías empleadas para el proceso de estandarización de pH y alcalinidad fueron las adecuadas, ya que los parámetros de calidad estadísticos arrojan buenos resultados de precisión, sensibilidad y límite de detección.

La no concordancia entre los resultados presentados en la curva de calibración de turbidez, se debió a los diferentes factores del ajuste del equipo, a la preparación de los patrones y a condiciones ambientales.

La estandarización de los métodos genera un amplio conocimiento del procedimiento, una caracterización por medio del ordenamiento de los datos y un posterior estudio estadístico en el cual se estableció un lenguaje claro y preciso, con el fin de permitir la unificación de criterios a nivel mundial que permita el intercambio de información de forma adecuada, así como también, permite garantizar la calidad de los resultados y el funcionamiento de los métodos

10.RECOMENDACIONES

Una vez se realizaron satisfactoriamente todos los pasos a seguir dentro del proceso de estandarización de los métodos analíticos, es necesario realizar un control continuo de la exactitud para determinar y remediar cualquier deterioro con el tiempo.

Para el monitoreo continuo de los parámetros analíticos se hace necesario la elaboración de cartas de control para prevenir los errores y al mismo tiempo corregirlos

Es aconsejable recalcular los límites y promedios de las cartas de control así como realizar análisis estadísticos frecuentes de cada método con una frecuencia que puede ser mensual, trimestral, anual, aunque ésta decisión depende del número de mediciones que se obtengan en los procesos así como de las condiciones con las que cuente el laboratorio para la evaluación de cada método.

Al realizar titulaciones de las muestras tratar de realizarlas bajo las mismas condiciones de trabajo para disminuir errores.

11. ANEXOS

Anexo 1: Tablas de valores estadísticos

Tabla 32. Valores de t para Varios Niveles de Probabilidad

Grados de libertad	Valores para un Intervalo de Confianza (%)				
	80	90	95	99	99.9
1	3,08	6,31	12,70	63,7	637
2	1,89	2,92	4,30	9,92	31,60
3	1,64	2,35	3,18	5,84	12,90
4	1,53	2,13	2,78	4,60	8,60
5	1,48	2,02	2,57	4,03	6,86
6	1,44	1,94	2,45	3,71	5,96
7	1,42	1,90	2,36	3,50	5,40
8	1,40	1,86	2,31	3,36	5,04
9	1,38	1,83	2,26	3,25	4,78
10	1,37	1,81	2,23	3,17	4,59
11	1,36	1,80	2,20	3,11	4,44
12	1,36	1,78	2,18	3,06	4,32
13	1,35	1,77	2,16	3,01	4,22
14	1,34	1,76	2,14	2,98	4,14
∞	1,29	1,64	1,96	2,58	3,29

Fuente: [10].

Tabla 33. Niveles de Confianza para Varios Niveles de z

Nivel de Confianza (%)	Z
50	0,67
68	1,00
80	1,29
90	1,64
95	1,96
96	2,00
99	2,58
99,70	3,00
99,90	3,29

Fuente: [3], [10].

Anexo 2: Especificaciones pH metro de bolsillo marca ALLA FRANCE pH METRO CON TERMOMETRO IMPERMEABLE

**CON ELECTRODO INTERCAMBIABLE (Ver Código No. 92200-006)
REFERENCIA 92100-006
MARCA: ALLA FRANCE**

- Rango: -1-15pH / 0+60 °C
- Resolución: 0.01pH / 0.1°C
- Precisión: ±0.02 pH / ±1°C
- Con electrodo intercambiable (Referencia: 92200-006)
- Calibración automática: pH 4.00 – pH 7.00- pH 10.01
- ATC (compensación automática de temperatura)

Anexo 3: Especificación equipo turbidimetro Hf scientific, inc

Gama de la medida	0,01 -1,100 UNT / UNF
Precisión	± 2% de lectura ó 0,01 NTU (0-500 NTU) ± 3% de la lectura (500-1100 NTU)
Resolución	0,01 NTU abajo 100.0 NTU, 0.1 NTU por 100,0 NTU - 999,9 1.0 NTU para 1000-1100 NTU
Cumplimiento Normativo	MicroTPI IR (860 nm) LED Cumple con la norma ISO 7027 MicroTPW tungsteno Lámpara Cumple con la EPA de los EE.UU. 180,1
Principio de funcionamiento	Nefelometría
Tiempo de Respuesta	Menos de 14 segundos
Visualización	4 dígitos de 7 segmentos pantalla de cristal líquido con iconos especiales
Rango de temperatura de funcionamiento	0 ° C - 50 ° C (32 ° F - 122 ° F)

Rango de temperatura de la muestra	0 ° C - 50 ° C (32 ° F - 122 ° F)
Tamaño de la muestra	10-15 ml
Humedad Relativa	0-90% sin condensació
Fuente de alimentación	4 - Pilas AAA Duración de la batería es approx.5000 lecturas con baterías alcalinas estándar
Certificación	CE
Clasificación de aislamiento	El grado de contaminación 2
Dimensiones aproximadas	Instrumento: 7 cm x 16.5 cm x 4.8 cm (2 ¾ "x 6 ½" x 1 7/8 ") Instrumento en Minilab caso: 25 cm x 21.6 cm x 6.3 cm (10 "x 8 1/2" x 2 1/2 ")
Clasificación de la caja:	NEMA 4X Diseñado para satisfacer las especificaciones de IP67
Peso del envío:	1,22 kg (2,70 libras)
Dimensiones del envío:	28 cm x 30.5 cm x 7.6 cm (11 "x 12" x 3 ")
Garantía	1 año a partir de la fecha de embarque
Gama de la medida	0,01 -1,100 UNT / UNF

Anexo 4: Certificado de análisis Carbonato de sodio

Panreac	CERTIFICATE OF ANALYSIS CERTIFICADO DE ANALISIS	Primary Chemical Matter Especie Química Primaria						
Product / Producto								
Sodium Carbonate anhydrous EQP-ACS-ISO Sodio Carbonato anhidro EQP-ACS-ISO	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 33%;">Cod.</th> <th style="width: 33%;">Lot.</th> <th style="width: 33%;">Min. Val.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td style="text-align: center;">241648</td> <td style="text-align: center;">0000443465</td> <td style="text-align: center;">5/2019</td> </tr> </tbody> </table>	Cod.	Lot.	Min. Val.	241648	0000443465	5/2019	
Cod.	Lot.	Min. Val.						
241648	0000443465	5/2019						
Uncertainty / Incertidumbre ± 0,05 Molecular weight / Peso molecular M= M=105,99 Determination method / Método de determinación E Dried / Secado A 120°C 2 hours and cooled in desiccator over P ₂ O ₅ A 120°C durante dos horas y enfriar en desecador sobre P ₂ O ₅								
Determination of concentration / Determinación de la concentración Assay is determined by acidimetry titration using Bromophenol Blue as indicator. / La riqueza se determina acidimetricamente usando Azul de Bromofenol como indicador. Secondary Reference Material traceable to Standard Reference Material of NIST / Material de Referencia Secundario trazable con Patrón de Referencia Primaria del NIST.								
Maximum limit of impurities / Límite máximo de impurezas Specifications / Especificaciones								
	Guaranteed value / Valor garantizado	Actual value / Valor real						
Assay (Acidim) after dried at 120°C. 2 h / Riqueza (Acidim.) después de secar a 120°C 2h	99,95-100,05%	99,99%						
MAXIMUM LIMIT OF IMPURITIES / LIMITE MAXIMO DE IMPUREZAS								
Insoluble matter in H ₂ O / Insoluble en H ₂ O	0,005 %	<0,005 %						
Precipitated by NH ₄ OH / Precipitado por NH ₄ OH	0,01 %	<0,01 %						
Reducing substances I ₂ / Sustancias reductoras de I ₂	0,005 %	<0,005 %						
Nitrogen compounds (as N) / Compuestos de N (en N)	0,001 %	<0,001 %						
Sulphur compounds (as SO ₄) / Compuestos de S (en SO ₄)	0,003 %	<0,003 %						
Chloride (Cl) / Cloruro (Cl)	0,001 %	<0,001 %						
Phosphate (PO ₄) / Fosfato (PO ₄)	0,001 %	<0,001 %						
Silicate (as SiO ₂) / Silicato (en SiO ₂)	0,005 %	<0,005 %						
Heavy metals (as Pb) / Metales pesados (en Pb)	0,0005 %	<0,0005 %						
Al / Al	0,001 %	<0,001 %						
As / As	0,0001 %	<0,0001 %						
Ca / Ca	0,005 %	<0,005 %						
Cu / Cu	0,0005 %	<0,0005 %						
Fe / Fe	0,0005 %	<0,0005 %						
K / K	0,005 %	<0,005 %						
Mg / Mg	0,002 %	<0,002 %						
Ni / Ni	0,0005 %	<0,0005 %						
Pb / Pb	0,0005 %	<0,0005 %						

Anexo 5: Certificado de análisis Estándar de formacina 1000NTU

HACH COMPANY



An ISO 9001 Certified Company

P.O.Box 389
Loveland, CO 80539
(970) 669-3050

Certificate of Analysis

Page 1

COMMODITY: **StablCal® Standard, 1000 NTU**

COMMODITY NUMBER: **26606-42**

MANUFACTURE DATE:

DATE OF ANALYSIS:

LOT NUMBER: **A3270**

9/27/2013

9/30/2013

<i>TEST</i>	<i>SPECIFICATIONS</i>	<i>RESULTS</i>
Turbidity	950 to 1050 NTU	1017.0 NTU

The expiration date is Sep 2015

Formazin and StablCal® solutions provided by Hach are not NIST traceable because the NIST does not carry turbidity standards. However, the use of Formazin and StablCal® as used in Hach method 8195 are accepted by the EPA as a primary standard to be used in the calibration of turbidity instruments.

Certified by _____

A handwritten signature in cursive script that reads "Scott Als".

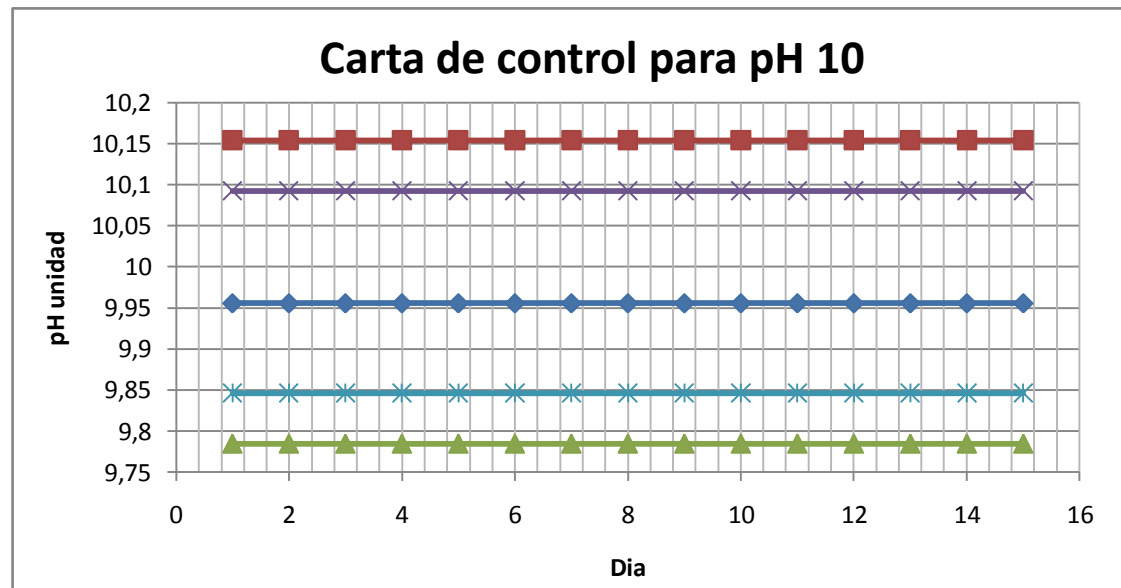
Scott Als
Analytical Services Chemist



Anexo 7: FORMATO CARTAS DE CONTROL ANALISIS DE pH
ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS

LABORATORIO DE AGUAS – AMAC

CARTAS DE CONTROL



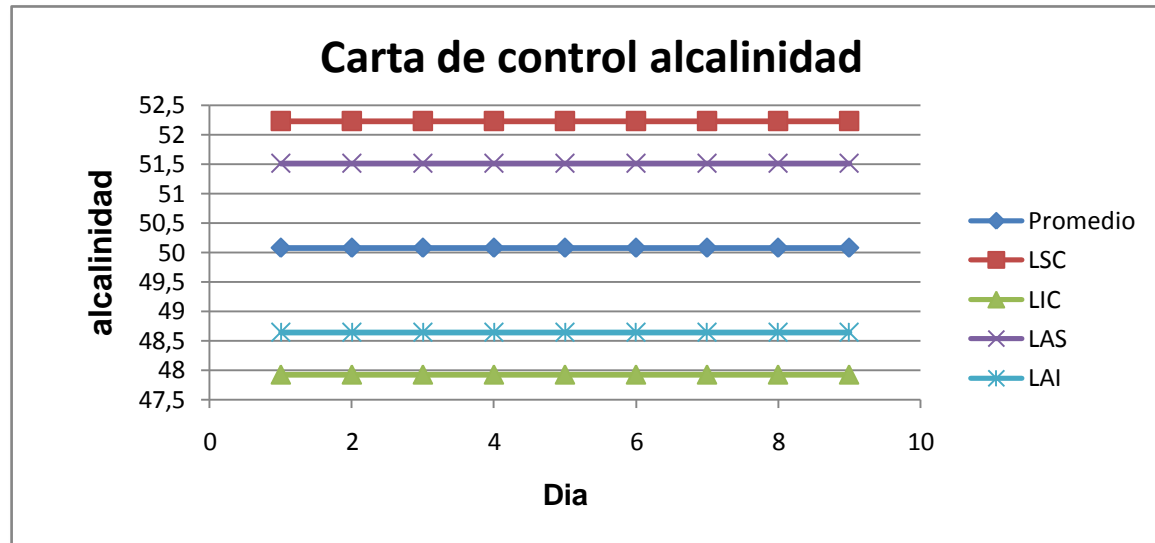
Dato	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
Fecha																					
pH																					
Responsable																					



**Anexo 9: FORMATO CARTAS DE CONTROL ALCALINIDAD
ASOCIACIÓN MUNICIPAL DE ACUEDUCTOS COMUNITARIOS**

LABORATORIO DE AGUAS – AMAC

CARTAS DE CONTROL



Dato	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	
Fecha																					
Alcalinidad																					
Responsable																					

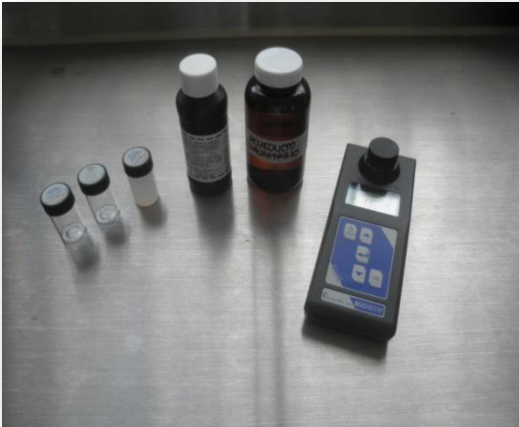
Anexo 10:Fotografías de equipos y reactivos para el análisis de pH



Anexo 11. Fotografías de materiales y reactivos para el análisis de alcalinidad



Anexo 12. Fotografías de equipos y reactivos para el análisis de turbidez



BIBLIOGRAFIA

- [1] PEREZ PARRA, JORGE ARTURO, Manual de potabilización del agua, 3ed Medellín, 1997, 3-20p
- [2] ASPECTOS FISICOQUÍMICOS DE LA CALIDAD DEL AGUA Capitulo 1 Quím. Ada Barrenechea Martel. Vista en:
<http://cdam.minam.gob.pe:8080/bitstream/123456789/109/2/CDAM0000012-2.pdf>
- [3] Manual del AGUA POTABLE. Frank R. Spellman, Joanne Drian. Traducido por Ana Berga Celma Dra. En Ciencias Geologicas. Editorial ACRIBA, S.A. ZARAGSA (España). Capitulo 10. Seguimiento del agua potable
- [4] Nueva biblioteca del campo; Desarrollo endógeno agropecuario. Agua
- [5] Eaton, Andrew D; Franson, Mary Ann. Standard Methods for the Examination for the Water & Wastewater. 21 ed. American PublicHealthAssociation, 2005. 1200 p.
- [6] CALIDAD DEL AGUA Jairo Alberto Romero Rojas
- [7] IDEAM, Programa de Fisicoquímica ambiental. Protocolo Estandarización de Métodos Analíticos Gustavo Alfonso Coy químico. Bogotá D.C Noviembre de 1999
- [8] Informe general de resultados ensayo de aptitud. Programa interlaboratorios de control de calidad del agua potable.
Vista en: <http://www.ins.gov.co/tramites-y-servicios/programas-de-calidad/PICCAP/Primer%20informe%20Piccap%202013-1.pdf>
- [9] JORGE HUMBERTO SIERRA C. Ingeniero Sanitario, profesor U de A Medellín 1985 ANALISIS DE AGUAS Y AGUAS RESIDUALES
- [10] PARÁMETROS FISICOQUIMICOS: ALCALINIDAD Segunda parte.
<http://www.uprm.edu/biology/profs/massol/manual/p2-alkalinidad.pdf>
- [11] TURBIDEZ EN EL AGUA pdf <http://filtrosyequipos.com/breves/turbidez.pdf>
- [12] EURACHEM, The fitness for purpose of analytical Methods. A laboratory guide to method validation and related topics' EURACHEM Secretariat, Teddington, Middlesex, 1998. Disponible en (<http://www.vtt.fi/ket/eurachem>)

[13] EDUARDO ORTIZ VARON. Manual de métodos básicos para el análisis de aguas para consumo humano. Bogotá D.C 2011. 15-65 P

[14] Skoog, Douglas A.; Crouch, Stanley R.; Holler, James. Principios de Análisis Instrumental. 6a ed. México: CengageLearning, 2008. 1038 p. ISBN: 970-686-829-

[15] AGUIRRE ORTEGA, L., et al., Validación de métodos analíticos, ed. A.E.F.Industria. 2001, España.

[16] Validación de métodos analíticos DQO pH, grasas y aceites en las matrices de agua residual doméstica, residual industrial y superficial, como requisito al proceso de acreditación internacional en la norma iso/iec17025:2005 en el laboratorio ambiental de ASINAL Ltda. Trabajo de grado

[17] METODOS ANALITICOS Disponible en <http://www.bvsde.ops-oms.org/bvsacd/scan/018591/018591-04a.pdf>

[18] Estandarización de métodos analíticos usados para el análisis de agua en el laboratorio del centro de estudios de investigaciones ambientales (CEIAM), proyecto de grado

[19] Guía de validación de métodos analíticos. Definiciones de conceptos. Validación. Disponible en <http://www.ministeriodesalud.go.cr/emoresas/protocolos/guiavaidacionmetodosanaliticos.pdf>

[20] Ministerio de la Protección Social y de Ambiente, Vivienda y Desarrollo Territorial. Resolución 2115 de 2007. Diario Oficial N° 46.679. Bogotá D.C: 2007. □

[21] Ministerio de Desarrollo Económico. Resolución 1096 de 2000. Bogotá D.C: 2000.

[22] ICONTEC. NTC-ISO 17025: Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración. Bogotá D.C: 2005.

[23] Colombia. Decreto 4741/2005, de 30 de diciembre, de la Presidencia de la República. Diario Oficial, 30 de diciembre de 2005, núm. 46137

[24] Decreto 1575 de 2007 resolución 2115, artículo 5. Características químicas de sustancias que tienen reconocido efecto adverso en la salud humana. Vista en http://www.unimeta.edu.co/fileadmin/user_upload/documentos/Consultorio_Ambiental/Normatividad/RESOUACION_2115_AGUAPOTABLE.pdf